

**Subvention accordée par la Région wallonne
dans le cadre d'un programme de recherche
d'intérêt général**

*'Photodégradation de polluants organiques persistants
contenus dans les eaux naturelles ou épurées par
traitements traditionnels des eaux résiduaires urbaines'*



Rapport d'activités semestriel

N°4

Période du 1^{er} juillet 2015 au 31 décembre 2015

1318078



I. Introduction

I.1. Identification du projet

Titre du Programme de la DGO6 : WBHealth

Titre du Projet : Photodégradation de polluants organiques persistants contenus dans les eaux naturelles ou épurées par traitements traditionnels des eaux résiduaires urbaines.

Acronyme: WaterPOP

I.2. Contrat

Convention : 1318078

Durée initiale de la recherche (mois) : 36

La recherche a-t-elle été prolongée par voie d'un avenant à la convention ? Non
Si Oui, de combien de mois ?

I.3. Date de démarrage de la convention

1^{er} janvier 2014

I.4. Période couverte par ce rapport d'activité

Rapport n° 4 concernant la période du 1^{er} juillet 2015 au 31 décembre 2015

I.5. Coordinateur du Projet

Prof. Anne-Lise Hantson, Chargée de cours

UMONS

20 Place du Parc

7000 Mons

Tél. : 065/37.44.19 **Fax :** 065/37.44.53 **e-mail :** anne-lise.hantson@umons.ac.be

I.6. Liste des Partenaires

Partenaire 1 (Coordinateur) – UMONS-GPCB - Anne-Lise Hantson

Partenaire 2 – Certech - Benoît Kartheuser

Partenaire 3 – UMONS-Toxico - Jean-Marie Colet

I.7. Objectif de la recherche et délivrable visé

Ce projet vise le développement d'un réacteur utilisant le procédé photo-catalytique basé sur les propriétés reconnues et bien documentées du TiO_2 qui, sous sa forme anatase, sera immobilisé sur des supports transparents spéciaux (verre ou polymère) possédant des surfaces spécifiques élevées (granules et/ou surfaces texturées).

L'objectif principal du projet consiste en la mise au point d'un réacteur comprenant les supports minéraux adéquats dont les surfaces auront été fonctionnalisées afin de leur conférer des propriétés adsorbantes et photo-catalytiques recherchées.

Les supports envisagés ayant des géométries variées (plaques, tubes, billes ou grains), une étude en précisera rapidement un design adapté. La recherche consistera en la mise au point et l'optimisation des procédés de préparation des supports en verre fonctionnalisés et efficaces, y incluant la texturation des surfaces par traitement laser, l'étude des propriétés d'adsorption et d'action catalytique des supports, le développement d'un réacteur de laboratoire sur base de systèmes de stérilisation UV existants et disponibles en Région wallonne, l'étude des conditions nécessaires à la dégradation de molécules type (étant potentiellement des perturbateurs endocriniens) et du scaling-up du procédé en vue d'une exploitation à une plus grande échelle.

I.8. Tableaux récapitulatifs

I.8.1. Réunions de démarrage et de coordination annuelle

Le tableau cumulatif (car il reprend toutes les données depuis le démarrage du projet) ci-dessous concerne les réunions de démarrage du projet et de coordination annuelle prévues par la convention (article 4.5.).

| Réunion | Prévue | Date | Lieu | Liste des présences |
|----------------|--------------------------|------------|-----------|--|
| Démarrage | t ₀ + 3 mois | 21/01/2014 | UMONS-CBA | <p>Benoît Kartheuser (CERTECH)</p> <p>Diane Thomas (UMONS – Génie des procédés chimiques)</p> <p>Manuel Podrecca (UMONS - Biologie humaine et toxicologie)</p> <p>Julien Gervasi (UMONS - Génie des procédés chimiques)</p> <p>Anne-Lise Hantson (UMONS – Chimie et biochimie appliquées)</p> <p>Amaury Massart (UMONS- Chimie et biochimie appliquées)</p> <p>Alexandre de Raikem (Eloy Water)</p> <p>Marlène Genlain (UMONS - Administration et Valorisation de la Recherche)</p> <p>Olivier Bastin (Almadius Technology)</p> <p>Bruno Michel (Airwatec)</p> <p>Sébastien Ronkart (Société Wallonne Des Eaux)</p> <p>Arnaud Vankerkove (Région Wallonne)</p> |
| Coordination 1 | t ₀ + 12 mois | 28/01/2015 | Certech | <p>Benoît Kartheuser (Certech)</p> <p>Thierry Randoux (Certech)</p> <p>Vincent Clause (Certech)</p> <p>Sophia La Russa (Stagiaire -Certech)</p> <p>Anne-Lise Hantson (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Diane Thomas (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Julien Gervasi (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Arnaud Vandaele (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Arnaud Vankerkove (Région Wallonne)</p> <p>Barbara Marchi (UMONS- Direction de l'Administration et Valorisation de la Recherche)</p> <p>Manuel Podrecca (UMONS- Biologie et Toxicologie humaine)</p> <p>Sébastien Ronkart (Société Wallonne Des Eaux)</p> <p>Bruno Michel (Airwatec)</p> <p>Pol Wilmet (Eloy Water)</p> |
| Coordination 2 | t ₀ + 24 mois | | | |
| Coordination 3 | t ₀ + 36 mois | | | |

1.8.2. Autres réunions relatives au projet

Le tableau ci-dessous reprend les autres réunions concernant le projet (entre partenaires, avec industriels, ...).

| Date | Lieu | Objet | Liste des présences | PV |
|------------|-----------------|---|--|----|
| 12/03/2014 | Seneffe-Certech | Discussion des aspects mises en œuvre du dépôt de TiO ₂ et types de support. | Benoît Kartheuser (CERTECH) Diane Thomas (UMONS – Génie des procédés chimiques) Julien Gervasi (UMONS – Génie des procédés chimiques) Anne-Lise Hantson (UMONS – Chimie et biochimie appliquées) | O |
| 03/04/2014 | Anvers-Metrohm | Démonstration de l'utilisation d'un chromatographe ionique de « Metrohm » en accord avec les exigences du cahier des charges. | Anne-Lise Hantson (UMONS – Chimie et biochimie appliquées) Julien Gervasi (UMONS – Génie des procédés chimiques) François Vanderdonckt (UMONS – Technicien) Dominique Courtois (Metrohm – Représentant commercial sur le secteur la Wallonie) Steven Broeckx (Metrohm – Responsable de production en chromatographie ionique) Rena Van Strijdonck (Metrohm – Spécialiste en chromatographie ionique) | N |
| 07/04/2014 | Fleurus-SWDE | Démonstration de l'utilisation d'un chromatographe ionique de « Thermo Fischer Scientific » en accord avec les exigences du cahier des charges. | Anne-Lise Hantson (UMONS – Chimie et biochimie appliquées) Julien Gervasi (UMONS – Génie des procédés chimiques) François Vanderdonckt (UMONS – Technicien) Sébastien Ronkart (Société Wallonne Des Eaux) Leslie De Keyser (Thermo Fischer Scientific) | N |
| 06/06/2014 | A l'UMons | Suite de la discussion sur les aspects mises en œuvre du dépôt de TiO ₂ et types de support/ | Benoît Kartheuser (CERTECH) Anne-Lise Hantson (UMONS – Chimie et biochimie appliquées) Diane Thomas (UMONS – Génie des procédés chimiques) Julien Gervasi (UMONS – Génie des procédés chimiques) | O |
| 09/07/2014 | A l'UMons | Réunion semestrielle de présentation de l'état d'avancement du projet | Jean-Marie Colet (UMONS – Biologie et Toxicologie humaine) Olivier De Block (Cebedeau) Olivier Eloy (Eloy Water) Julien Gervasi (UMONS – Génie des Procédés chimiques) Anne-Lise Hantson (UMONS – | O |

| | | | | |
|------------|------------------|--|---|---|
| | | | <p>Chimie et Biochimie appliquées)</p> <p>Benoît Kartheuser (Certeche)</p> <p>Barbara Marchi (UMONS – Direction de l'Administration et Valorisation de la Recherche)</p> <p>Bruno Michel (Airwatec)</p> <p>Manuel Podrecca (UMONS – Biologie et Toxicologie humaine)</p> <p>Sébastien Ronkart (Société Wallonne Des Eaux)</p> <p>Diane Thomas (UMONS – Génie des Procédés chimiques)</p> <p>Arnaud Vandaele (UMONS – Chimie et Biochimie appliquées)</p> <p>Arnaud Vankerkove (Région Wallonne)</p> | |
| 17/09/2014 | Seneffe-Certeche | <p>Discussion sur :</p> <ul style="list-style-type: none"> - la formulation des solutions de pulvérisation ; - de la géométrie possible des supports en quartz. <p>Visite des installations du Certeche</p> | <p>Benoît Kartheuser (Certeche)</p> <p>Julien Gervasi (UMONS – Génie des procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Arnaud Vandaele (UMONS – Génie des procédés chimiques et biochimiques)</p> | O |
| 17/11/2014 | A l'UMons | <p>Discussion sur :</p> <ul style="list-style-type: none"> - de nouvelles formulations performantes ; - L'état d'avancement des techniques de caractérisation des dépôts ; | <p>Benoît Kartheuser (Certeche)</p> <p>Anne-Lise Hantson (UMONS – Génie des procédés chimique et biochimiques)</p> <p>Diane Thomas (UMONS – Génie des procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Julien Gervasi (UMONS – Génie des procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Arnaud Vandaele (UMONS – Génie des procédés chimiques et biochimiques)</p> | O |
| 20/03/2015 | UMONS | <p>Discussion sur :</p> <ul style="list-style-type: none"> - les résultats de la caractérisation des dépôts obtenus à partir des formulations fournies par le Certeche du point de vue de la transmittance, de la surface spécifique (analyse BET) et de la tenue mécanique ; | <p>Benoît Kartheuser (Certeche)</p> <p>Anne-Lise Hantson (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Diane Thomas (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Julien Gervasi (UMONS – Génie des</p> | N |

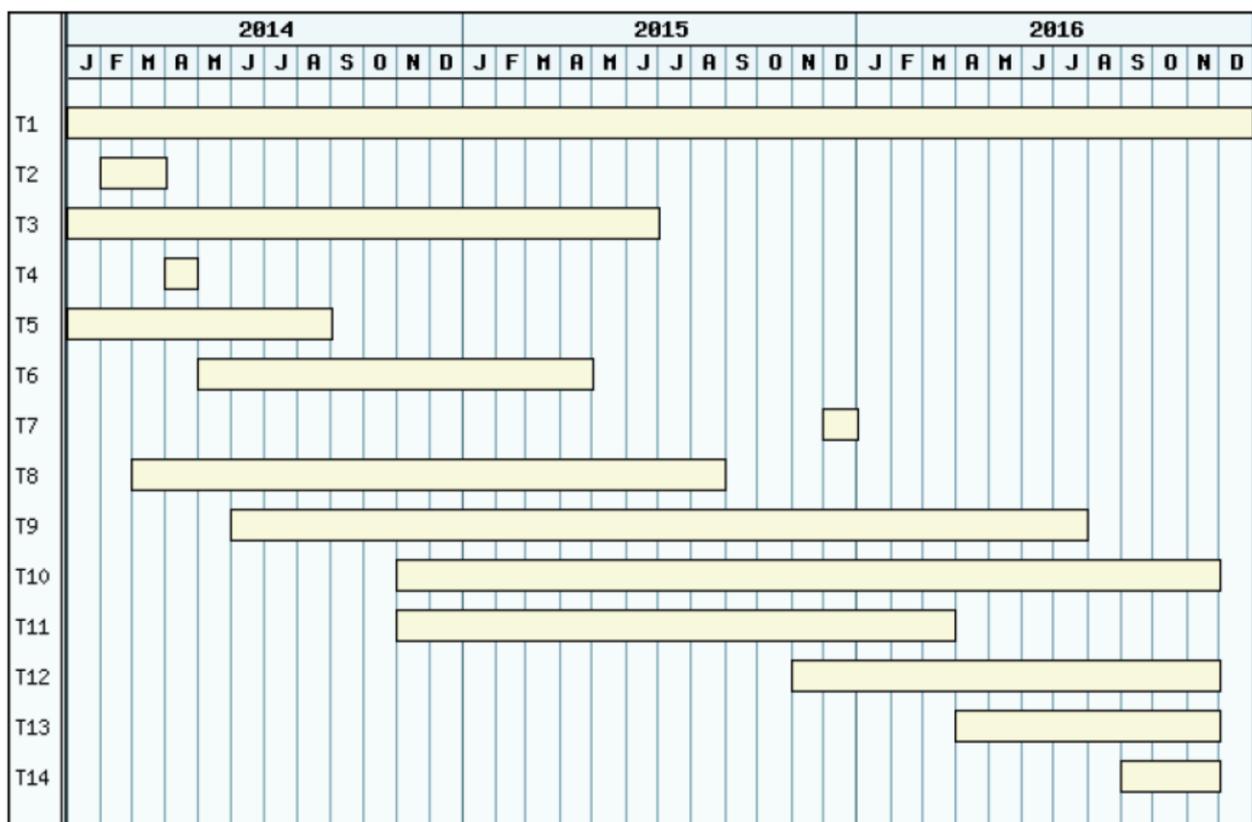
| | | | | |
|------------|-------|---|--|---|
| | | <ul style="list-style-type: none"> - la technique de quantification de molécules organiques par l'intermédiaire de twisters ; - un nouveau support en quartz compact. | <p>Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Arnaud Vandaele (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> | |
| 29/06/2015 | UMONS | <p>Discussion sur :</p> <ul style="list-style-type: none"> - la préparation de nouvelles formulations sur base de la recherche bibliographique (permettant l'obtention de dépôts catalytiques plus fins et plus réguliers) ; - la poursuite des essais de caractérisation des dépôts ; - l'étude de l'adsorption des molécules de référence sur le dépôt avec adsorbant. ; | <p>Benoît Kartheuser (Certeck)</p> <p>Anne-Lise Hantson (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Diane Thomas (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Julien Gervasi (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Arnaud Vandaele (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> | N |
| 16/10/2015 | UMONS | <p>Discussion sur :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Les isothermes d'adsorption du chlorophénol sur les différentes formulations photocatalytiques - les essais de photocatalyse : réalisation d'essais sur une seule face afin d'améliorer la reproductibilité des résultats ; - les essais de photolyse effectués par le CERTECH afin d'étudier la dégradation uniquement due au rayonnement UVC ; - La réalisation de mesures ICP : application de la procédure de minéralisation et de solubilisation ; - la faisabilité de « coater » la partie interne du réflecteur de l'unité CINTROPUR® ; - la possible utilisation d'une nouvelle forme commerciale de TiO₂ : l'Aéroxide P90. | <p>Benoît Kartheuser (Certeck)</p> <p>Anne-Lise Hantson (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Diane Thomas (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Julien Gervasi (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Arnaud Vandaele (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> <p>Florent Baudart (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)</p> | O |

I.8.3. Tableau récapitulatif des rapports

Tableau cumulatif reprenant les périodes pour les différents semestres ainsi que la date d'échéance prévue. Indiquez la date à laquelle le rapport est transmis à la DGO6.

| Semestre | Période | Échéance | Type | Date d'envoi |
|--------------|-------------------------|------------|----------------------------|--------------|
| 1 | 01/01/2014 – 30/06/2014 | 30/06/2014 | Activité | 24/07/2014 |
| 2 | 01/07/2014 – 31/12/2014 | 31/12/2014 | Activité | 26/01/2015 |
| 3 | 01/01/2015 – 30/06/2015 | 30/06/2015 | Activité+ Sc. & Technique | 23/07/2015 |
| 4 | 01/07/2015 – 31/12/2015 | 31/12/2015 | Activité | 27/01/2016 |
| 5 | 01/01/2016 – 30/06/2016 | 30/06/2016 | Activité | |
| Final | 01/07/2016 – 31/12/2016 | 31/12/2016 | Activité + Sc. & Technique | |
| ERGO | 01/01/2017 – 31/12/2017 | 31/12/2017 | Évaluation de la recherche | |

I.9. Calendrier de la recherche



T1 : Coordination et veille technologique

T2 : Détermination et aspects toxicologiques des 3 substances-cibles

T3 : Dépôt de titane sur support transparent

T4 : Etude toxicologique *in silico* des produits de dégradation

T5 : Fonctionnalisation « adsorption/concentration » des supports

T6 : Etude des supports « adsorbants » et « photocatalytiques »

T7 : Etude toxicologique *in vitro* des produits de dégradation

T8 : Développement d'outils de monitoring de l'efficacité du traitement

T9 : Développement et mise en œuvre d'un réacteur de laboratoire
T10 : Etude des cinétiques de photodégradation des micropolluants
T11 : Etude de la stabilité hydrolytique des traitements
T12 : Analyse du cycle de vie des supports catalytiques
T13 : Développement d'un outil de dimensionnement
T14 : Essais de laboratoire en « conditions réelles »

I.10. Conclusions sur le déroulement du projet pendant la période concernée

Lors de ce semestre et en accord avec les partenaires, le travail de l'UMONS s'est essentiellement focalisé sur les tâches 5, 6 et 8 prévus par le diagramme de Gantt. Ce choix découle des divers avis reçus des expertes lors de la réunion d'évaluation du projet avec notamment la nécessité de travailler sur un nombre restreint de formulations ainsi que le besoin de développer rapidement un dispositif photocatalytique de laboratoire commun (unité CINTROPUR[®]) aux divers partenaires. Pour ce dernier point, des discussions ont permis de proposer un premier support en quartz à ailettes qui a été réalisé sur base de plans de l'UMONS en sous-traitance par la société PierreGlass et envoyé au CERTECH afin de réaliser des premiers essais dépôts et de photocatalyse.

Du point de vue des formulations de dépôts photocatalytiques intégrant une fonction d'adsorption exacerbée, le CERTECH s'est intéressé à un deuxième type d'oxyde de titane (Aéroxide[®] P90 de chez Evonik). Après quelques tests photocatalytiques comparatifs, il s'est avéré qu'il n'apporte pas de bénéfices aux performances de photodégradation du 2-chlorophénol même si le dépôt présente un meilleur aspect; par conséquent, les futurs travaux se feront toujours avec l'Aeroxide[®] P25.

Un dispositif équipé du système CINTROPUR[®] (fourni par Airwatec) a été monté au CERTECH pour tester les revêtements sous des conditions de débit et de charge hydraulique proches des conditions réelles. Ce montage permet également d'étudier la tenue des revêtements sous un débit réel de 1,2 m³/h. Un support en forme de vis sans fin a été réalisé. Ce support ainsi que le support en quartz à ailettes sont en cours de tests dans ce montage.

Globalement, nous noterons que les tâches de 1 à 9 du diagramme de Gantt (excepté la tâche 2, finalisée), sont toujours en cours:

- Une bonne coordination du projet est maintenue grâce aux échanges d'informations réguliers et efficaces entre les divers partenaires du projet et également suite à la mise à profit de l'expérience de centres de recherches extérieurs au projet ;
- Les tâches 3, 5 et 6 relatives au développement d'un support photocatalytique performant sont dans la phase de caractérisation et d'expérimentation sur les pesticides cibles qui est essentielle à leur finalisation;
- On observe également une bonne avancée quant au développement des outils de suivi des réactions de photodégradation catalytique ;
- Tous les composants du réacteur de laboratoire ont été sélectionnés et acquis, ce qui va permettre de réaliser le montage et l'insertion du support photocatalytique envisagé.

Cependant, quelques difficultés conséquentes à des problèmes de reproductibilité des essais et qui ne sont pas pénalisantes pour le bon déroulement des autres tâches, ont été rencontrées lors de la détermination de l'aspect toxicologiques de micropolluants cibles. Ceci a reporté la finalisation de la tâche 4 à une date ultérieure.

La comparaison des résultats obtenus *in silico* avec les études *in vitro* sur ovocytes suggère que les composés positifs *in vitro* provoqueraient des effets de type « perturbateur endocrinien » sans impliquer directement le récepteur aux œstrogènes. L'analyse basée sur la structure du xénobiotique ne peut donc être utilisée ici qu'en complément d'informations.

Il est ainsi nécessaire de continuer les études faites sur les ovocytes en laboratoire lors de l'analyse des produits de dégradation afin de détecter les effets réels sur la cinétique de maturation.

Ce décalage a engendré un léger retard inévitable pour l'étude des phénomènes d'adsorption et les cinétiques de dégradation des polluants cibles. Des essais préliminaires ont pu être menés sur l'atrazine avec un dispositif photocatalytique simple sous UVA permettant d'obtenir les premiers résultats cinétiques montrant une certaine résistance à la photodégradation de cette molécule et la présence de sous-produits dans l'eau traitée.

Enfin, quelques pistes sont investiguées afin de pouvoir établir des méthodes expérimentales de quantification de la stabilité hydrolytique des divers dépôts actuellement étudiés.

I.11. Collaboration entre partenaires

Une collaboration est principalement mise en place avec le CERTECH. A ce jour, nous échangeons largement les informations en ce qui concerne les méthodes analytiques, les propriétés des dépôts, les montages réalisés, les expériences menées et les résultats obtenus. Des réunions sont organisées régulièrement pour faire état mutuellement de l'avancée des travaux vers différents objectifs. De façon générale, nous sommes très satisfaits des relations fortes et réactives que nous entretenons avec le CERTECH.

Durant ce semestre, deux réunions avec le CERTECH ont eu lieu. Celles-ci avaient pour centre d'intérêt les différents dépôts et supports qui sont étudiés et modifiés afin d'aboutir à des caractéristiques physicochimiques qui répondent aux besoins du projet et à la réalisation d'un montage pilote intégrant le système Cintropur®

Dans un contexte s'attachant à l'analyse toxicologique, une réunion avec Manuel Podrecca du service de Biologie et Toxicologie humaine de l'UMONS et le service de Génie des Procédés chimiques et biochimiques a été organisée pour y évoquer les diverses difficultés qui ont entraîné le retard de la finalisation des tâches 2 et 4.

En vue de la campagne expérimentale de la caractérisation des dépôts, diverses lames de microscope revêtues d'un dépôt photocatalytique ont été fournies à l'UMONS. On retrouve dans le lot, des billes de quartz qui constituent le support préliminaire avec lequel le photoréacteur sera rempli.

I.12. Description des actions du (des) parrain(s)

Pas d'actions spécifiques ce semestre.

I.13. Prévisions globales pour le prochain semestre

Lors du prochain semestre, nous souhaitons terminer la campagne de caractérisation des propriétés des dépôts au niveau de l'adsorption et de la photodégradation des micropolluants organiques cibles.

Le développement des outils de monitoring constituera évidemment une priorité avant la réalisation des étapes suivantes. Les cinétiques de photodégradation catalytique sur le dispositif de laboratoire pourront dès lors être étudiées.

L'étude des éventuels effets perturbateurs endocriniens des sous-produits de dégradation sera aussi entreprise. Leur identification sera réalisée le cas échéant.

En parallèle, des essais seront poursuivis par le CERTECH sur le réacteur pilote, ainsi que l'optimisation de la configuration du support photocatalytique.

II. Rapports d'activité des partenaires

(À remplir séparément par chaque partenaire, y inclus le Coordinateur)

II.1. Identification du Partenaire numéro 1

II.1.1 Coordonnées du partenaire numéro 1 :

Prof. Anne-Lise Hantson, Chargée de cours

Service de génie des procédés chimiques et biochimiques
UMONS

20 Place du Parc
7000 Mons

Tél. : 065/37.44.19 Fax : 065/37.44.53 e-mail : anne-lise.hantson@umons.ac.be

Prof. Diane Thomas

Service de génie des procédés chimiques et biochimiques
UMONS

20 Place du Parc
7000 Mons

Tél. : 065/37.44.04 Fax : 065/37.44.07 e-mail : diane.thomas@umons.ac.be

II.1.2 Chercheurs et Techniciens engagés par le partenaire numéro 1 :

L'engagement du personnel est-il conforme à ce qui a été prévu par la convention ? O

Chercheur N°1 (se référer au tableau du personnel de la convention)

M. Amaury Massart, Docteur en sciences de l'ingénieur

Fonction dans le projet de recherche : chercheur

Date d'engagement / désengagement : 01/01/2014-15/02/2014

Tél. : 065374417 **Fax** : 065374453 **e-mail** :
amaury.massart@umons.ac.be

Chercheur N°2 (se référer au tableau du personnel de la convention)

M. Julien Gervasi, ingénieur civil chimiste

Fonction dans le projet de recherche : chercheur

Date d'engagement / désengagement : 01/03/2014 – 31/12/2016

Tél. : 065374412 **Fax** : **e-mail** : julien.gervasi@umons.ac.be

Chercheur N°3 (se référer au tableau du personnel de la convention) :

M. Florent Baudart, ingénieur civil chimiste,

Fonction dans le projet de recherche : chercheur

Date d'engagement / désengagement : 15/09/2015 – 14/09/2016

Tél. : 065374412 Fax : e-mail : florent.baudart@umons.ac.be

Technicien N°1 (se référer au tableau du personnel de la convention)

M. François Vanderdonck, Bachelier en chimie

Fonction dans le projet de recherche : technicien

Date d'engagement / désengagement : 01/04/2014-13/05/2014

Tél. : 065374417 Fax : 065374453 e-mail : françois.vanderdonck@umons.ac.be

Technicien N°2 (se référer au tableau du personnel de la convention)

M. Arnaud Vandaele, Bachelier en chimie

Fonction dans le projet de recherche : technicien

Date d'engagement / désengagement : 01/07/2014-31/11/2015

Tél. : 065374417 Fax : 065374453 e-mail : arnaud.vandaele@umons.ac.be

Le tableau cumulatif ci-dessous résume l'engagement du personnel rémunéré à charge de la convention depuis le démarrage du projet.

Les **lignes grisées** concernent les données telles que définies dans la convention.

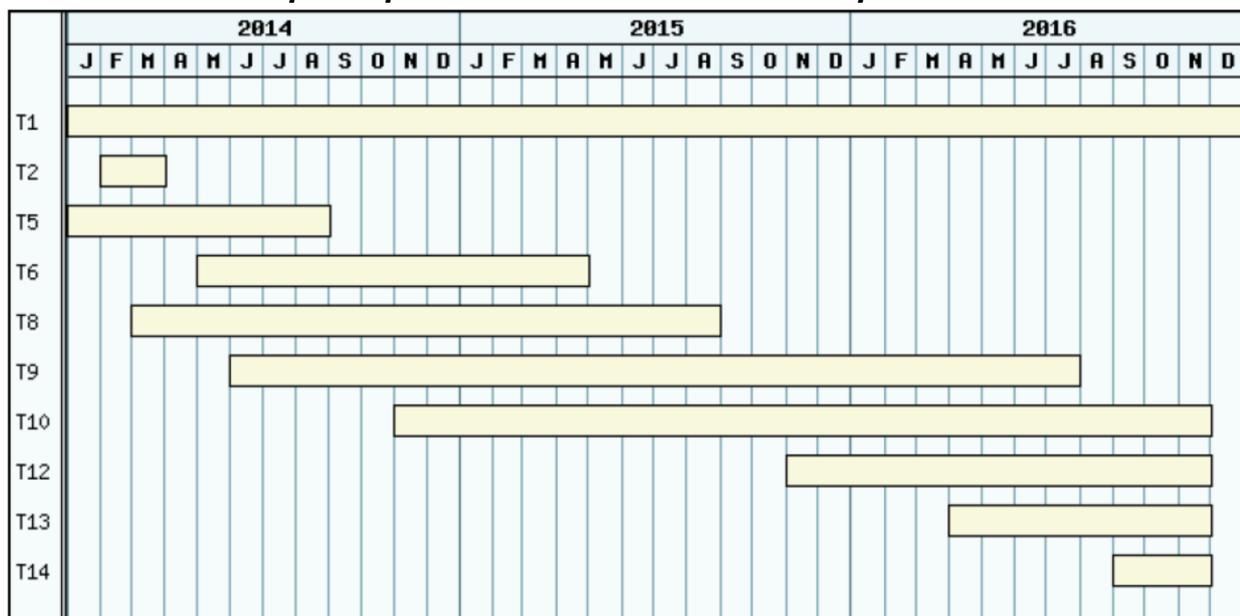
Les **lignes blanches** concernent les données de la personne engagée. En cas de remplacement du personnel, ajoutez des lignes sous le poste concerné. *Exemple en Annexe 1.*

| Personnel | Qualification | Fonction | CV(*) | Ressources | | Entrée | Sortie |
|----------------------|-----------------------------------|------------|------------|------------|----------|------------|------------|
| | | | | (%) | (h.m) | | |
| Chercheur 1 | Qualification | | Oui | | X | | |
| Massart Amaury | Docteur en science de l'ingénieur | Chercheur | oui | 100 | 1,5 | 01/01/2014 | 15/02/2014 |
| Chercheur 2 | Qualification | | Oui | | X | | |
| Gervasi Julien | Master (ingénieur civil) | Chercheur | oui | 100 | 34 | 01/03/2014 | 31/12/2016 |
| Chercheur 2 | Qualification | | Oui | | X | | |
| Baudart Florent | Master (ingénieur civil) | Chercheur | oui | 100 | 12 | 15/09/2015 | 14/09/2016 |
| Technicien 1 | Qualification | | Oui | | X | | |
| Vanderdonck François | Bachelier | Technicien | oui | 50 | 0,75 | 01/04/2014 | 13/05/2014 |
| Technicien 1 | Qualification | | Oui | | X | | |
| Vandaele Arnaud | Bachelier | Technicien | Oui | 50 | 5,5 | 01/07/2014 | 31/12/2015 |

(*) Le CV du chercheur a-t-il été envoyé au gestionnaire technique de la DGO6 ?

II.2. Rapport d'activité du partenaire numéro 1

II.2.1 Calendrier prévu pour la réalisation des tâches qui vous ont été attribuées



T1 : Mois 1 à 36: Coordination et veille technologique

T2 : Mois 2 à 4: Détermination et aspects toxicologiques de 3 substances-cibles

T5 : Mois 1 à 8: Fonctionnalisation « adsorption/concentration » des supports

T6 : Mois 5 à 17: Etude des supports « adsorbants » et « photocatalytiques »

T8 : Mois 3 à 21: Développement d'outils de monitoring de l'efficacité du traitement

T9 : Mois 6 à 32: Développement et mise en œuvre d'un photoréacteur de laboratoire

T10 : Mois 11 à 36: Etude des cinétiques de photodégradation des micropolluants

T12 : Mois 23 à 36: Analyse du cycle de vie des supports catalytiques

T13 : Mois 28 à 36 :Détermination d'un outil de dimensionnement

T14 : Mois 33 à 36: Essai en laboratoire en conditions « réelles »

II.2.2. Tâches accomplies

Tâche 1: Suite à la réunion d'évaluation du 15/09/15, la coordination a eu pour objectif principal de mettre en application les diverses remarques transmises par les expertes lors de cette réunion. Dans cette optique, une réunion a été organisée avec le CERTECH (cf. le compte-rendu de la réunion du 16/10/15) lors de laquelle il a été décidé de focaliser nos travaux sur les 3 formulations établies par le CERTECH. A court terme, la priorité dans les tâches à réaliser a été

redéfinie. Il a été surtout mis en avant l'importance de progresser au plus vite dans les essais d'adsorption et de photocatalyse des pesticides (performances des formulations photocatalytiques, détermination des cinétiques, vérification de la présence éventuelle des sous-produits, etc.) ainsi que le développement de méthodes de monitoring.

Du point de vue de la veille technologique, les recherches ont surtout concerné le développement d'outils d'analyse et de suivi, et plus particulièrement, l'établissement de méthodes de préparation de solutions standard en phase aqueuse de pesticides ainsi que leur analyse via différentes techniques analytiques tels que l'HPLC-PDA, le TOCmètre, etc.

Pour faciliter aussi la coordination des diverses tâches au sein de l'équipe, une méthode de gestion de projet Agile a été mise en place.

Tâche 2: La tâche 2 a été finalisée au semestre précédent.

Tâches 5 et 6 : A l'heure actuelle, les essais de photocatalyse et d'adsorption sont relatifs aux 3 formulations de dépôts photocatalytiques développées par le CERTECH et contenant de l'oxyde de titane Aéroxide[®] P25 : une formulation de référence et deux formulations contenant deux charbons actifs pour promouvoir le pouvoir adsorbant des supports.

Aussi, les divers dépôts ont été soumis à des essais de transmittance et de réflectance qui ont montré l'impact du charbon actif sur respectivement, l'atténuation du rayonnement UV traversant le support photocatalytique et l'énergie d'activation du support (+/- 3,2 eV).

A défaut de disposer des micropolluants organiques cibles dans un premier temps, des essais ont été dédiés à la photodégradation et l'adsorption du chlorophénol (souvent pris comme molécule modèle) sur les différents supports photocatalytiques expérimentaux. De façon générale, l'ajout de charbon agit notablement sur le pouvoir adsorbant des supports photocatalytiques. Les essais de photocatalyses pour des solutions contenant environ 500 ppb de composé organique sur des dépôts avec la formulation de référence (sans action adsorbante accrue par rapport à l'oxyde de titane), montre que la présence de charbon actif n'a pas d'influence, positive ou négative, sur la cinétique de photodégradation.

Un premier essai d'adsorption de l'atrazine sur les dépôts montre un effet positif du charbon actif. En son absence, l'atrazine n'est pas adsorbé par les dépôts. Ces résultats doivent être confirmés, les isothermes d'adsorption obtenues ayant des allures très différentes des allures traditionnelles obtenues avec le chlorophénol ; cette différence pourrait être, en partie liée, à l'utilisation de solvant organique pour la mise en solution du pesticide.

Tâche 8 : Le développement d'outils de monitoring s'est principalement axé sur l'utilisation de techniques disponibles au sein du Service de Génie des Procédés chimiques et biochimiques : la chromatographie liquide haute pression couplée à un détecteur photodiode array, un analyseur de carbone organique total (TOC, TC, IC) et une chromatographie ionique.

Sur base d'un protocole d'analyse similaire à celui appliqué au CERTECH, la méthode d'analyse HPLC-PDA a été validée pour le chlorophénol et l'atrazine, des limites de détection (LOD) et de quantification (LOQ) ont ainsi pu être déterminées ainsi que des gammes dynamiques de dosage. Une méthode globale d'analyse HPLC-PDA simultanée des 3 pesticides est en cours de développement s'appuyant sur une recherche bibliographique afin d'adapter les conditions analytiques aux besoins et du projet et une validation est ensuite prévue.

La solubilité dans l'eau des pesticides étant limitée et la préparation traditionnelle des solutions standards demandant l'ajout de solvants organiques de type méthanol, acétone, ..., la recherche de voies de solubilisation alternatives est en cours. Si la présence de méthanol, ou de tout autre solvant organique, n'influence aucunement l'analyse HPLC des pesticides, elle peut affecter les phénomènes d'adsorption, voire de photodégradation ainsi que rendre caduque l'utilisation d'un TOCmètre en ligne pour quantifier la minéralisation des pesticides.

Enfin, des problèmes techniques ont été rencontrés lors de l'utilisation de la chromatographie ionique, empêchant la validation de méthode d'analyse des anions issus de la dégradation des pesticides.

Tâche 9 : Après discussion entre l'UMONS et le CERTECH, le tube de protection en quartz de la lampe UVC a été modifiée par la société PierreGlass en y ajoutant 8 ailettes en quartz, accroissant ainsi la surface sur laquelle le photocatalyseur sera déposé. Le support en quartz a ainsi été envoyé au CERTECH pour être imprégné par une formulation photocatalytique et, *in fine*, testée.

De plus, en vue de l'étude des cinétiques de photodégradation catalytique des pesticides avec les lampes UVC de l'unité CINTROPUR[®], un photoréacteur thermostaté batch a été conçu et sera bientôt utilisé pour l'accomplissement de la tâche 10.

Enfin, la nature et l'intensité du rayonnement reçu par les supports photocatalytiques lors des essais de photodégradation catalytique ont été étudiées grâce à l'utilisation d'un spectroradiomètre prêté par le Certech. De cette manière, les conditions opératoires seront d'autant mieux caractérisées.

Tâche 10 : Les cinétiques de photodégradation sous UVA ont d'ores et déjà été abordées pour le chlorophénol avec un dispositif photocatalytique simple pour comparer l'efficacité des différentes formulations photocatalytiques. Dans l'attente de l'acquisition du dispositif mentionné dans la tâche 9, des essais préliminaires de photodégradation catalytique ont été effectués sur l'atrazine sous UVA. Les premiers résultats concernant cette molécule, nous ont montrés de façon similaire à la molécule de chlorophénol que la photodégradation catalytique suit une cinétique réactionnelle d'ordre 1. Nous avons également pu observer lors des analyses HPLC-PDA, la présence de sous-produits de dégradation ce qui est en bon accord avec la littérature.

Une solution dégradée de chaque pesticide contenant les sous-produits de dégradation sera ainsi transmise au service de Biologie et de Toxicologie Humaine de l'UMONS afin de réaliser des essais toxicologiques sur les mélanges.

Tâche 12 : Etant donné le temps relativement important qu'ont demandé les tâches 5, 6 et 8 ainsi que le démarrage récent de cette tâche dans le diagramme de Gantt, aucun développement n'a encore été mené sur ce point.

II.2.3. Quels sont les objectifs atteints et ceux qui ne le sont pas?

Parmi l'ensemble des tâches normalement terminées dans le diagramme de Gantt, nous pouvons dire que seule la tâche 2 est finalisée.

Comme il a été dit dans le précédent rapport d'activités, les tâches 5 et 6 sont liées entre elles. L'étude de nouvelles formulations photocatalytiques aux propriétés optimisées (Tâche 5) nécessitant l'application d'un ensemble d'essais (Tâche 6).

A l'heure actuelle, notre attention se focalise sur les formulations développées par le CERTECH à base d'Aéroxide® P25 mais il est possible que les formulations hybrides, mises en œuvre en collaboration avec l'ULg, constituent une autre voie d'exploration possible. De ce fait, les tâches 5 et 6 ne sont pas limitées à la période de temps prévue dans le programme de base.

Un certain nombre de contraintes (techniques, scientifiques, etc.) ont été rencontrées dans la progression de la tâche 8 engendrant ainsi du retard. Les méthodes analytiques de quantifications des ions par chromatographie ionique n'ont pas encore été validées. Le choix d'un outil de monitoring en ligne devra être réévalué étant donné les problèmes liés à la mise en solution des pesticides en phase aqueuse.

Les études des cinétiques de photodégradation et des phénomènes d'adsorption des pesticides sur les formulations photocatalytiques sont en cours, elles sont légèrement décalées étant donné le retard dans le choix des molécules cibles.

II.2.4. Les objectifs et/ou échéances ont-ils été modifiés?

Le possible prolongement des tâches 5 et 6 a été discuté dans le point précédent.

Pour la tâche 8, des essais doivent encore être réalisés impliquant une prolongation de la tâche pour une durée approximative de 2 mois.

II.2.5. Le programme de travail original a-t-il été suivi?

De façon globale, le programme est suivi avec un retard, sans conséquence, dans le début des tâches 8 et 12.

II.2.6. Difficultés rencontrées au point de vue scientifique et/ou de management

Brièvement, les principales difficultés rencontrées concernent la reproductibilité des essais de photocatalyse et d'adsorption. Pour obtenir des résultats statistiquement satisfaisants et consistants entre eux, les essais sont menés en triplicat, au minimum. Malheureusement, il est très difficile de reproduire les conditions expérimentales. Par exemple, d'un support à l'autre, la masse de photocatalyseur déposée peut varier jusqu'à 0,5 mg, ce qui représente une variation relative de l'ordre de 6,25 %. Cette forte variabilité implique la répétition de certaines expériences de façon à s'assurer de la qualité et la fiabilité des résultats obtenus.

Le développement d'outils de monitoring fait aussi l'objet de contraintes avec tout d'abord la recherche de conditions de mise en solution des pesticides évitant l'ajout de solvants organiques venant influencer par leur présence les phénomènes de photocatalyse et d'adsorption ainsi que les analyses via TOCmètre. Si l'emploi de solvants organiques s'avérait inévitable, d'autres techniques d'analyse devront être investiguées.

Aucune difficulté particulière n'est à mentionner au point de vue du management.

II.2.7. Liste des équipements scientifiques de pointe, financés par la convention et acquis depuis le début de la recherche (cumulatif)

| Appareil | Description de son utilisation dans la recherche | Taux de financement par la RW (%) | Date d'acquisition | Prix d'achat TVAC (Euros) |
|------------------------|---|-----------------------------------|--------------------|---------------------------|
| Chromatographe ionique | Analyseur par chromatographie ionique pour les suivis de la minéralisation de POP | 100 | 24/07/2014 | 45.191,75 € |
| | | | | |
| | | | | |

II.2.8. Conclusions particulières du partenaire

A ce stade, deux dispositifs sont employés pour étudier et quantifier les phénomènes de photocatalyse et d'adsorption respectivement. Suite à cela, la campagne de caractérisation des dépôts photocatalytiques a été principalement orientée vers des essais de photocatalyse et d'adsorption du chlorophénol. Des essais analogues ont été démarrés sur l'atrazine et d'autres essais seront dédiés à l'étude des mêmes phénomènes sur les 2 autres pesticides. Les principaux résultats de ces essais nous indiquent que le charbon actif joue effectivement son rôle d'adsorbant en ce qui concerne le chlorophénol et l'atrazine. L'objectif de promouvoir l'effet adsorbant a ainsi été atteint. Néanmoins, en termes de photodégradation catalytique sans phase d'adsorption préalable, la présence de charbon actif ne semble n'avoir aucun effet sur la cinétique réactionnelle.

Ce semestre a également été dédié au développement et à la validation de méthode d'analyse en vue du monitoring des pesticides en phase aqueuse, qui permettra, *in fine*, de calculer des efficacités d'abattement par l'unité de traitement.

Des essais de mise en solution des pesticides ainsi qu'une recherche bibliographique à ce propos ont été effectués et sont toujours en cours afin d'éviter l'utilisation de solvant(s) organique(s) (solubilisation dans du méthanol par exemple) interférant aussi bien dans les phénomènes d'intérêt de ce projet (la photocatalyse et l'adsorption) que pour l'utilisation de certaines techniques analytiques (TOCmètre).

Les commentaires des expertes désignées pour l'évaluation du projet ont été largement discutés et répercutés.

II.2.9. Prévisions du partenaire pour le prochain semestre ou la phase de valorisation

Il est estimé que pour le prochain semestre :

- L'ensemble des essais de photocatalyse et d'adsorption de pesticides seront réalisés ainsi que l'étude de la variation de certains paramètres opératoires (masse de photocatalyseur, etc.)
- Une technique de préparation des solutions en pesticides sera mise en place pour étudier les pesticides sans interférer sur les phénomènes étudiés ainsi que sur les suivis analytiques
- Le développement et la validation de méthode d'analyse seront terminés pour l'HPLC-PDA, le TOCmètre (dans le cas où une solution est trouvée pour la solubilisation des pesticides), la chromatographie ionique.
- Sur base d'essais (sous rayonnement UVC, l'eau traitée contenant les sous-produits de dégradations sera directement transmise au service de Biologie et Toxicologie Humaine de l'UMONS. Dans le cas d'une toxicité avérée ou de la mise en évidence d'effets perturbateurs endocrinien, ceux-ci seront identifiés.
- Les tâches 12 et 13 seront également abordées durant ce prochain semestre comme cela est mentionné dans le diagramme de Gantt.

II.2.10. Remerciement de tiers (assistance technique, soutien matériel et financier)

Durant ce dernier semestre, les tâches n'auraient pu progresser sans l'aide de personnes dont les connaissances et les conseils étaient précieux. C'est pourquoi nous tenons à remercier :

- M. Krumpmann Arnaud, assistant de recherche au sein du service de Science des matériaux de la FPMS, pour son aide dans l'utilisation d'un spectromètre ;
- M. Aline Ducoulebier, technicienne pour Materia Nova, dont l'expérience a grandement été utile dans l'utilisation de l'analyseur BET ;
- M. Marc Debliquy, chercheur au sein du service de Science des Matériaux de la FPMS, pour ces explications concernant l'utilisation de l'analyseur BET ;
- Mme Alice Belfiore, chercheuse à Materia Nova, pour son implication dans la caractérisation de l'épaisseur des dépôts ;
- M. Maurice Gonon, Prof. au sein de l'UMONS, pour son expertise en ce qui concerne la réalisation d'analyses DRX.

II.2.11. Liste des publications ou dépôt de brevets**II.2.12. Liste des présentations ou formations relatives au projet**

- Présentation orale lors du 10^{ème} Congrès européen du génie chimique (ECCE10) qui s'est déroulé à Nice (Acropolis, France) du 27 septembre au 1^{ier} octobre 2015 ;
- Présentation flash (court exposé + présentation poster) lors de la journée des « Jeunes Chercheurs en Génie des Procédés et Energétiques » (UGéPE-GEPROC) à Saint Quentin en France le 15 octobre 2015 ;
- Participation à la formation MassLynx relative à l'utilisation d'un UPLC-PDA organisée par la société Waters.

II.2.13. Liste des missions en Belgique relatives au projet**II.2.13.a.**

Date : 15/10/15

Lieu : Locaux de l'IUT de l'Aisne, sur le site de Saint Quentin (France)

Personnes rencontrées : Participants à l'évènement

Nom des personnes à charge de la convention (rémunérées ou non)
ayant participé à la mission : Julien Gervasi (UMONS – Génie des Procédés Chimiques et Biochimiques)

Objet de la mission :

Présentation du projet WaterPOP devant un public de chercheurs.

II.2.13.b.

Date : 04/11/15

Lieu : UMONS – Rue de l'Epargne n°56, 7000 Mons

Personnes rencontrées : Kristof Pil

Nom des personnes à charge de la convention (rémunérées ou non)
ayant participé à la mission :

- Julien Gervasi (UMONS – Génie des Procédés Chimiques et Biochimiques)
- Florent Baudart (UMONS – Génie des Procédés Chimiques et Biochimiques)

Objet de la mission :

Formation au logiciel MassLynx utilisée par l'HPLC-PDA et HPLC-MS.

II.3. Rapport de mission à l'étranger (obligatoire pour le remboursement des frais)

Participation au 10^{ème} Congrès européen du génie chimique (ECCE10) à Nice, France du 27/09/2015 au 1/10/2015 de Julien Gervasi, Diane Thomas et Anne-Lise Hantson.

La création de ce congrès trouve son origine dans l'envie d'apporter une réponse à la crise économique que rencontre le secteur industriel. Pour favoriser ce secteur, des technologies innovantes doivent voir le jour tout en respectant les critères importants que sont la préservation environnementale, l'économie d'énergie et la protection de la santé humaine, ce qui rend le challenge d'autant plus difficile. Ainsi cette organisation vise le renforcement de la connexion entre le monde industriel et scientifique à travers des présentations orales et des posters.

Lors de ce congrès international important (818 communications orales, 897 posters, 1800 participants) globalisant 3 congrès européens aux thématiques complémentaires (génie chimique, biotechnologie et intensification de procédés), Julien Gervasi a ainsi eu l'opportunité de présenter, dans une conférence orale en langue anglaise, les résultats obtenus dans ce projet.

En outre, nous avons participé à diverses présentations qui portaient également sur la thématique du traitement de l'eau. Les différentes techniques qui étaient discutées visaient l'optimisation de traitements biologiques, la filtration par membrane, l'électrocoagulation, la photocatalyse et les procédés d'oxydation avancée.

De plus, des sessions posters ont été organisées afin de sensibiliser, à une échelle plus large, les participants du congrès. En cela, ces sessions ont également constitué d'excellentes occasions afin de s'informer plus amplement sur les sujets dont la problématique était similaire à la nôtre et de générer des discussions enrichissantes.

En résumé, ce congrès, outre le fait qu'il constituait une première expérience d'exposé oral pour Julien Gervasi devant une communauté scientifique internationale, a permis de faire découvrir notre projet au monde scientifique mais aussi initier des relations scientifiques interuniversitaires qui seront profitables.

II.4. Identification du Partenaire numéro 2

II.4.1 Coordonnées du partenaire numéro 2 :

Monsieur Benoît Kartheuser

CERTECH

Zone Industrielle C – Rue Jules Bordet

7180 Seneffe

Tél. : 064-52 02 10

Fax : 64-52 02 11

e-mail :

benoit.kartheuser@certech.be

II.4.2 Chercheurs et Techniciens engagés par le partenaire numéro2 :

L'engagement du personnel est-il conforme à ce qui a été prévu par la convention ? N

Si non, en décrire les raisons.

Mr Pascal Lemaire ne fait plus partie des membres de Certech et avec l'autorisation de l'administration a été remplacé par Mme Anne Borcy.

Chercheur N° 1(se référer au tableau du personnel de la convention)

M. Benoît Kartheuser, PhD

Fonction dans le projet de recherche : Chercheur, coordinateur du projet

Date d'engagement / désengagement : 1/01/2014

Tél. : 064-52 02 10

Fax : 64-52 02 11

e-mail :

benoit.kartheuser@certech.be

Chercheur N° 2(se référer au tableau du personnel de la convention)

M. Pascal Lemaire, Licencié en Sciences Chimiques

Fonction dans le projet de recherche : Chercheur, analyste

Date d'engagement / désengagement : 1/01/2014 / 30/11/2015

Tél. : 064-52 02 10

Fax : 64-52 02 11

e-mail :

pascal.lemaire@certech.be

Chercheur N° 3 se référer au tableau du personnel de la convention)

M. Vincent Clause, Bachelier en Chimie

Fonction dans le projet de recherche : Chercheur, analyste

Date d'engagement / désengagement : 1/01/2014

Tél. : 064-52 02 10

Fax : 064-52 02 11

e-mail : vincent.clause@certech.be

Chercheur N° 4 se référer au tableau du personnel de la convention)

Mme Anne Borcy, Ingénieur Industriel en chimie

Fonction dans le projet de recherche : Chercheur, analyste

Date d'engagement/désengagement : 1/12/2015

Tél : 064/50 02 10

Fax : 064/52 02 11

e-mail. Anne.borcy@certech.be

Le tableau cumulatif ci-dessous résume l'engagement du personnel rémunéré à charge de la convention depuis le démarrage du projet.

Les **lignes grisées** concernent les données telles que définies dans la convention.

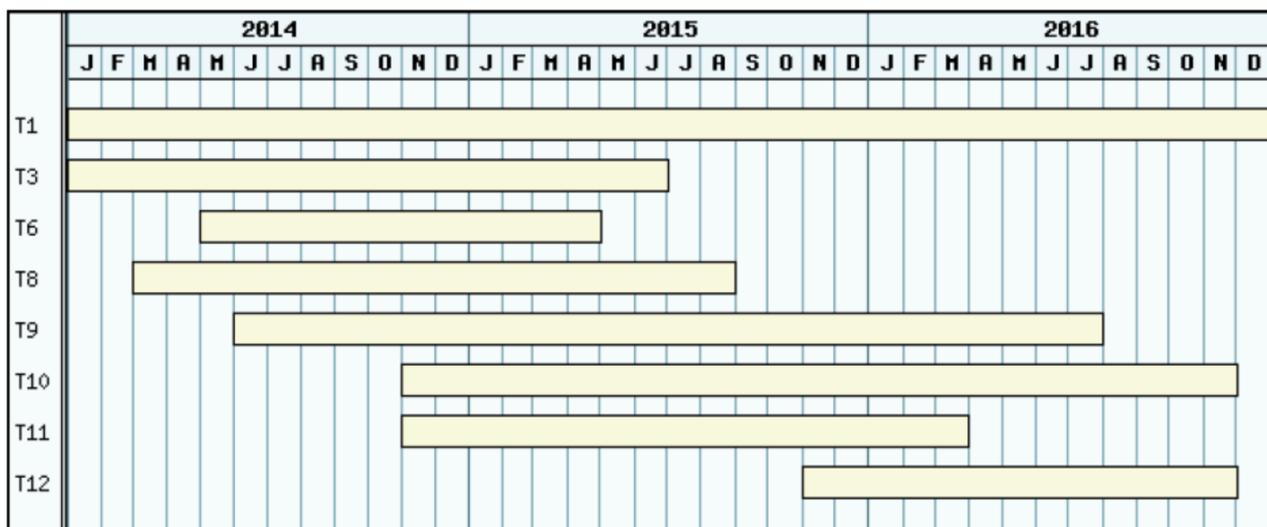
Les **lignes blanches** concernent les données de la personne engagée. En cas de remplacement du personnel, ajoutez des lignes sous le poste concerné. *Exemple en Annexe 1.*

| Personnel | Qualification | Fonction | CV(*) | Ressources | | Entrée | Sortie |
|--------------------|----------------------|---------------------------|------------|------------|----------|-----------|------------|
| | | | | (%) | (h.m) | | |
| Chercheur 1 | Qualification | | Oui | | x | | |
| KARTHEUSER Benoît | PhD | Chercheur et coordinateur | O | 25 | 9 | 1/01/2014 | |
| Chercheur 2 | Qualification | | Oui | | x | | |
| LEMAIRE Pascal | Licencié | Chercheur-analyste | O | 62,5 | 22,5 | 1/01/2014 | 30/11/2015 |
| Chercheur 3 | Qualification | | Oui | | x | | |
| CLAUSE Vincent | Bachelier | Chercheur-analyste | O | 62,5 | 22,5 | 1/01/2014 | |
| Chercheur 4 | Qualification | | Oui | | x | | |
| Brocy Anne | Ingénieur industriel | Chercheur – analyste | O | 62,5 | 22,5 | 1/12/2015 | |

(*) Le CV du chercheur a-t-il été envoyé au gestionnaire technique de la DGO6 ?

II.5. Rapport d'activité du partenaire numéro 2

II.5.1 Calendrier prévu pour la réalisation des tâches qui vous ont été attribuées



T1 : Mois 1 à 36: - Coordination et veille technologique

T3 : Mois 1 à 18: - Dépôt de l'oxyde de titane sur support transparent

T6 : Mois 5 à 17: - Etude des supports « adsorbants » et « photocatalytiques »

T8 : Mois 3 à 21: - Développement d'outils de monitoring de l'efficacité du traitement

T9 : Mois 6 à 32: - Développement et mise en œuvre d'un photoréacteur de laboratoire

T10 : Mois 11 à 36: - Etude des cinétiques de photodégradation des micropolluants

T11 : Mois 11 à 28: - Etude de stabilité hydrolytique des traitements

T12 : Mois 23 à 36: - Analyse du cycle de vie des supports catalytiques

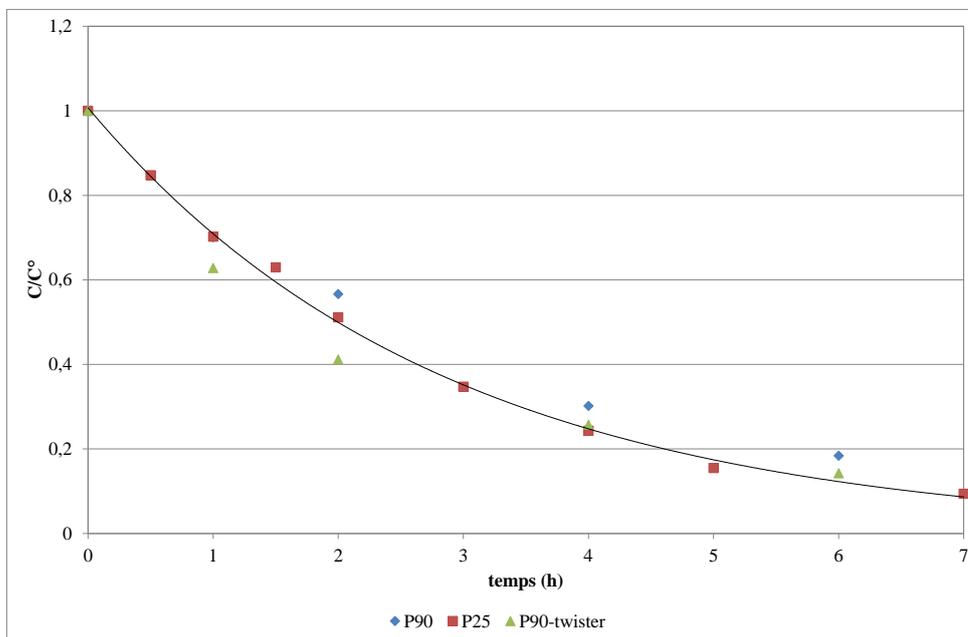
II.5.2. Tâches accomplies

Tâche 1 : La revue de la littérature s'est poursuivie durant ce semestre.

Tâche 3 et 6 : Durant ce semestre, la solution de titane retenue a été déposée sur un support métallique en vue du développement d'un support à intégrer dans le système Cintropur®. Tout comme pour les supports verres, la tenue mécanique a été vérifiée et validée.

Un nouvel oxyde de titane a été testé, l'Aéroxide® TiO₂ P90 de chez Evonik. Il possède une plus grande surface spécifique que l'Aéroxide® P25. Ce titane se disperse mieux que le P25 et conduit à des recouvrements plus homogènes.

Son activité a été comparée au P25 utilisé précédemment. Le graphique 1 présente une comparaison des deux oxydes de titane.

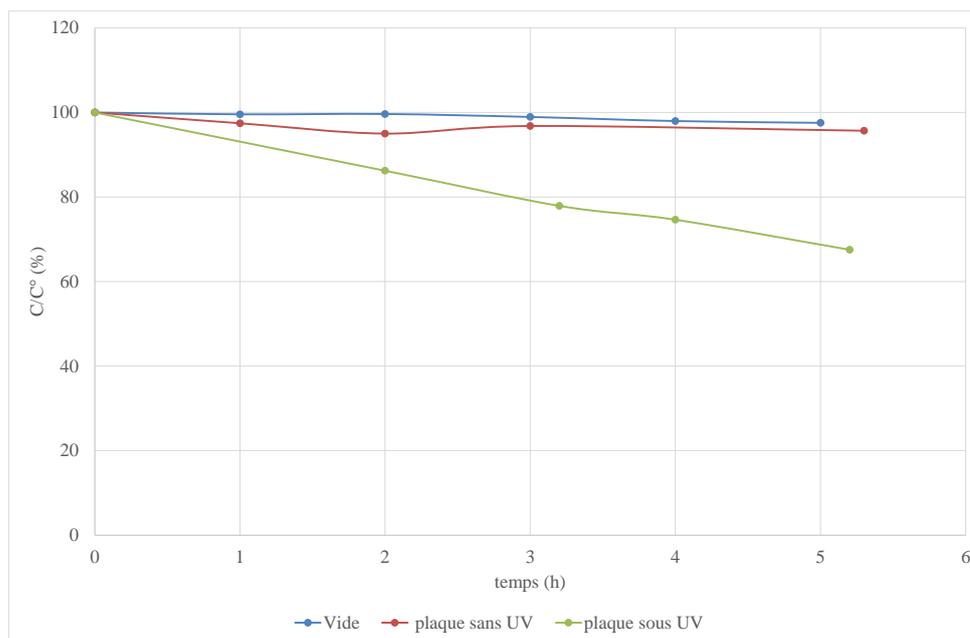


Graphique 1 : comparaison de l'activité de deux oxydes de titane (P90-P25) pour la dégradation du 2-chlorophénol.

Etant donné les performances équivalentes des deux types de titane, le P25 sera conservé pour la suite des développements

Un test à haute concentration en 2 CP a été mené avec la formulation contenant du charbon actif. L'objectif est de voir s'il y a un effet marqué du charbon actif. Le charbon actif n'avait pas augmenté les performances photocatalytiques du revêtement lors des essais à faible concentration. Un test à blanc, un test avec la plaque sans UV et sous UV ont été menés, un test avec un revêtement sans charbon actif doit encore être conduit.

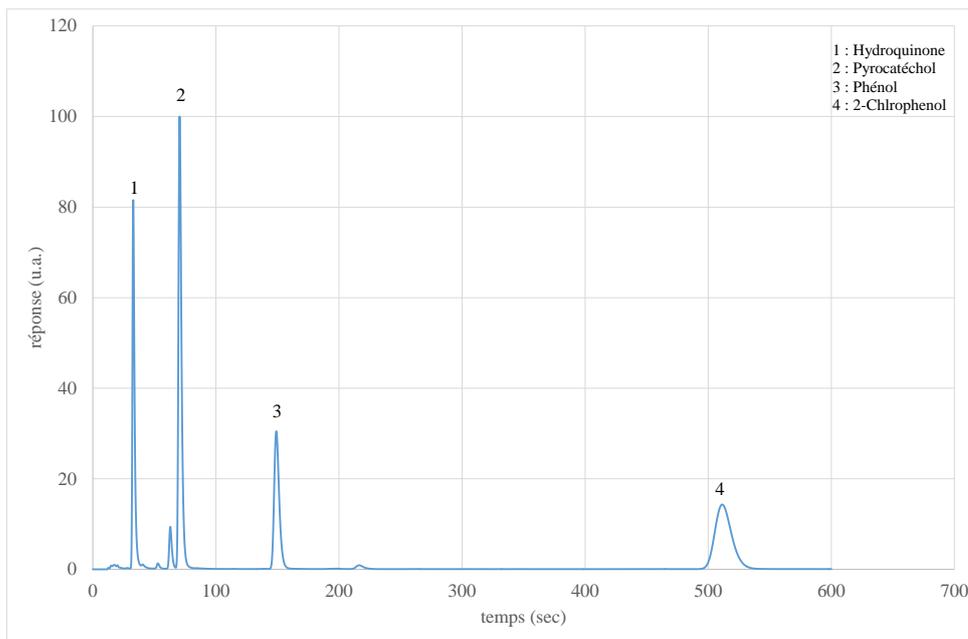
Le graphique 2 présente l'évolution du 2CP en fonction du temps, pour une concentration de départ de 5 µg/ml contre 50 ng/ml précédemment. 30 % du 2CP est décomposé après 5 heures d'irradiation UVA.



Graphique 2 : évolution du CP en fonction du temps pour une concentration de départ de 5 µg/ml, avec un recouvrement contenant du charbon actif.

Tâche 8.

Un développement a été mené sur l'analyse de sous-produits de la dégradation du 2 chlorophénol par HPLC. Il a été indiqué précédemment qu'il est difficile avec les twisters de faire la recherche de sous-produits de dégradation dû au bruit de fond important généré lors de la désorption. Une recherche bibliographique nous indique que le principal produit de dégradation du 2 chlorophénol est le cathécol (pyrocathécol). On retrouve également le phénol et l'hydroquinone. Une solution contenant ces 4 composés a été préparée dans l'eau et analysée par HPLC avec la méthode utilisée pour l'analyse du 2-CP. Il s'est avéré que cette méthode n'était pas adaptée car les sous-produits sortent tous avec le pic du solvant avant le 2-CP. Il a été nécessaire de modifier la méthode HPLC pour obtenir une bonne séparation des composés. Le graphique 3 présente la séparation des 4 composés avec la nouvelle méthode analytique. Malheureusement, cette méthode ne permet pas de détecter le 2-CP à très faible concentration. Cela est dû au fait que le pic du 2-CP est large et à très faible concentration, il se confond avec le bruit de fond. Pour la suite, il sera nécessaire de travailler avec deux méthodes analytiques.



Graphique 3 : séparation des 3 sous-produits potentiels et du 2-Chlorophénol avec la nouvelle méthode HPLC.

Tâche 9 et 10 :

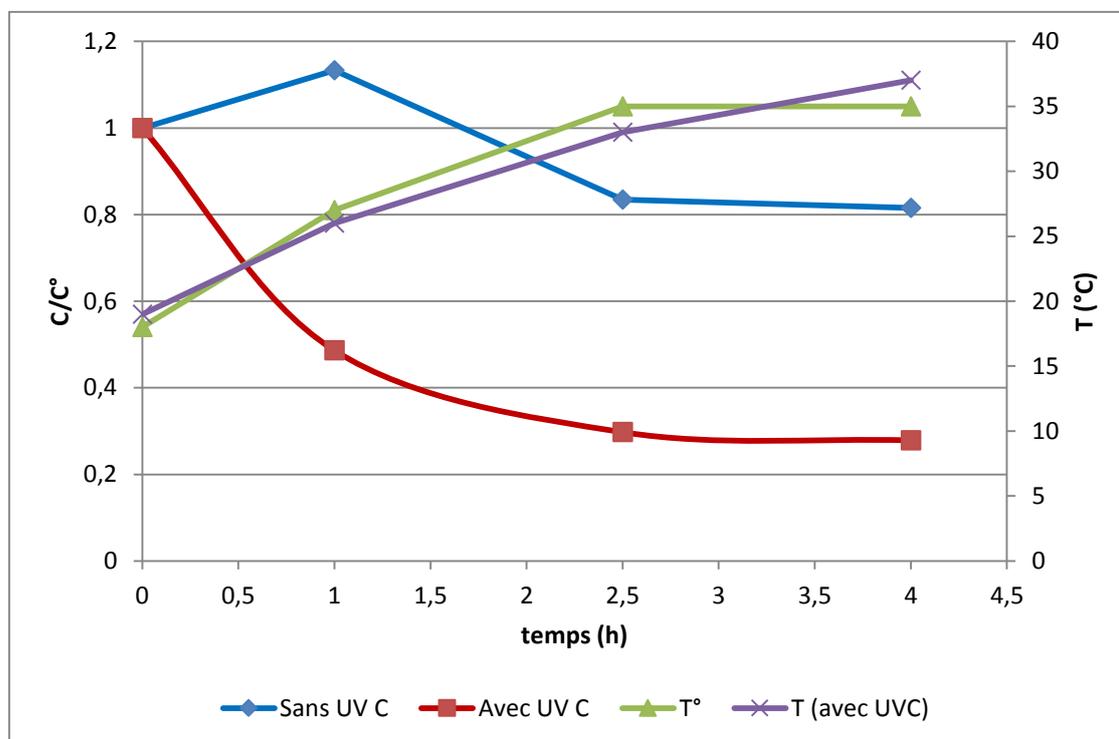
Durant ce semestre, un réacteur photocatalytique a été réalisé avec le système Cintropur[®] fourni par Airwatec parrain du projet. La photo1 présente le système.



Photo 1 : montage expérimental avec le système Cintropur[®].

Le montage comprend un réservoir d'eau (35 litres), une pompe et un cryostat pour réguler la température de l'eau, ainsi qu'une vanne pour les prélèvements d'échantillons d'eau. Cette vanne sert également à réguler le débit à 1,2 m³/h qui est le débit en condition réelle d'utilisation. Le système de pompage et la réduction due à la vanne entraîne un échauffement de l'eau, jusqu'à plus 45°C après 3 heures de test. Un cryostat a par conséquent été utilisé pour réduire cette température. L'adsorption du 2 CP a été étudiée

avec le réacteur vide sans éclairage, ensuite, un test a été conduit avec la lampe UV C allumée. Les évolutions du 2CP sont présentées au graphique 4.



Graphique 4 : Evolution du 2CP avec le système Cintropur® avec et sans UV C.

Nous constatons que 20 % de 2 CP est adsorbé par le matériel du montage. Sous éclairage UV C, 70 % du 2 CP est éliminé de la solution. Ceci est dû à la photolyse du 2 CP sous l'action des UV C.

Tâche 11 :

La tenue sous le flux d'eau a été étudiée tout d'abord en utilisant 3 plaques de verres de 4x15 cm² et placées dans le réacteur Cintropur®. Les plaques sont restées 4 heures sous un flux de 1,2 m³/h. Malheureusement, deux des trois plaques présentaient un éclat ne permettant pas de calculer la perte de matière après l'essai. Pour la troisième, une perte de l'ordre de 3 % a été mesurée. Le test a été reconduit avec deux nouvelles plaques de même dimension, conduisant à une perte de 4 et 0 %. La tenue sous un flux d'eau est bonne pour les revêtements de plaques de verre.

Un des supports susceptible d'être utilisé pour la réalisation du réacteur est l'aluminium. Un plaque de 17,5x 14cm² a été recouverte de la solution de titane et enroulée au tour de la gaine en quartz. La plaque est restée 8 heures sous un flux de 1,2 m³/h sans présenter de perte de masse.

Ces premiers essais montrent que la tenue sous un flux d'eau à 1,2 m³/h est bonne pour les deux types de support.

Deux systèmes ont été réalisés pour être intégrés au réacteur Cintropur®. Le premier fourni par UMons est composé du tube de quartz munis de 8 ailettes en quartz (photo 2), le second est un support en aluminium sous forme d'une vis sans fin (photo 3)

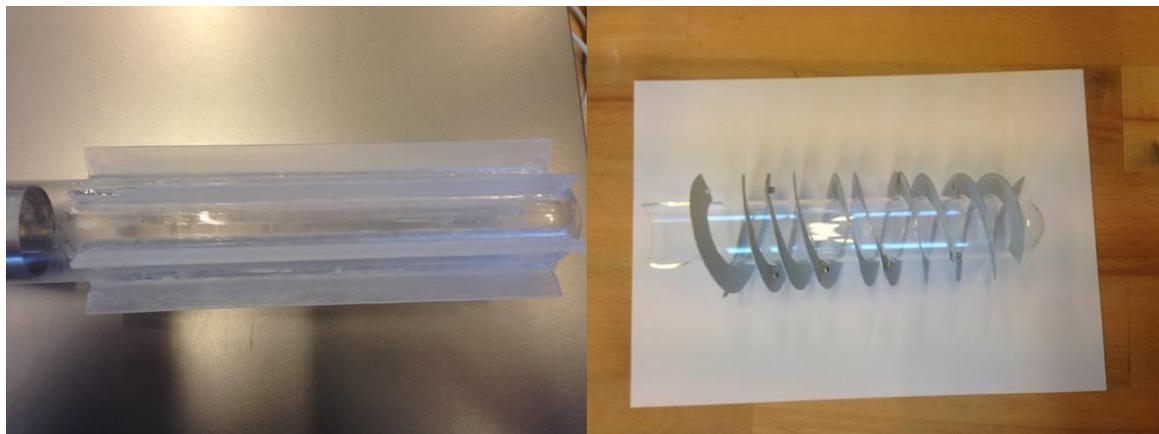


Photo 3 : réacteur en quartz

Photo 4 : réacteur en aluminium

Lors de leur préparation, il s'est avéré que la préparation de la surface est importante. Si les surfaces ne sont pas bien dégraissées, le revêtement n'adhère pas de manière optimum au support.

Ces deux systèmes sont en cours de test.

II.5.3. Quels sont les objectifs atteints et ceux qui ne le sont pas?

A ce stade, nous avons des formulations possédant une bonne tenue mécanique et hydrolytique tout en conservant une bonne activité photocatalytique aussi bien sur substrat en verre que métallique.

Un réacteur laboratoire a été élaboré pour tester l'efficacité des revêtements pour la dégradation du 2 chlorophénol.

Un pilote a été réalisé avec le système d'Airwatec, travaillant à un débit de 1,2 m³/h. Ce montage permet d'étudier la tenue hydrolytique des substrats, ainsi que de leur performance photocatalytique en condition de débit proche de son utilisation réelle.

Une méthode HPLC a été développée permettant l'identification et la quantification des sous-produits de dégradation du 2 chlorophénol.

Des premiers essais de dégradation du 2 chlorophénol ont été entrepris avec le système d'Airwatec et doivent être poursuivis avec les deux types de réacteur (quartz- spirale en aluminium).

II.5.4. Les objectifs et/ou échéances ont-ils été modifiés?

Non

II.5.5. Le programme de travail original a-t-il été suivi?

Oui

II.5.6. Difficultés rencontrées au point de vue scientifique et/ou de management

Des difficultés analytiques ont été rencontrées lors de la mise au point des méthodes d'analyse du 2 chlorophénol et des produits de dégradation. Une première méthode par HPLC permettait une quantification du 2 chlorophénol avec une limite de quantification de 5 ng/ml, mais elle ne permettait pas l'identification et la quantification des produits de dégradation. Une modification de la méthode a permis une bonne séparation des différents composés mais avec une limite de quantifications du 2 chlorophénol moins basse (50 ng/ml). Par conséquent, il est nécessaire de travailler avec deux méthodes analytiques pour combiner la bonne limite de quantification du 2 chlorophénol et l'identification des sous-produits s'ils sont formés.

II.5.7. Liste des équipements scientifiques de pointe, financés par la convention et acquis depuis le début de la recherche (cumulatif)

| Appareil | Description de son utilisation dans la recherche | Taux de financement par la RW (%) | Date d'acquisition | Prix d'achat TVAC (Euros) |
|----------|--|-----------------------------------|--------------------|---------------------------|
| | | | | |
| | | | | |

II.5.8. Conclusions particulières du partenaire

Néant

II.5.9. Prévisions du partenaire pour le prochain semestre ou la phase de valorisation

Tâche 1 : continuation de la veille technologique

Tâche 3 et 6 : continuation du développement d'un réacteur pilote

Tâche 8 : continuation du développement pour la détection des molécules cibles dans l'eau tel que le chlorophénol

Tâche 10 : étude cinétique de la photo-dégradation de micropolluants sur le réacteur Cintropur®.

Tâche 11 : Continuation de l'étude de stabilité hydrolytique des dépôts.

Tâche 12 : Analyse du cycle de vie des supports catalytiques

II.5.10. Remerciement de tiers (assistance technique, soutien matériel et financier)

Néant

II.5.11. Liste des publications ou dépôt de brevets

p.m.

II.5.12. Liste des présentations ou formations relatives au projet

p.m.

II.5.13. Liste des missions en Belgique relatives au projet

p.m.

II.6. Rapport de mission à l'étranger (obligatoire pour le remboursement des frais)

p.m.

II.7. Identification du Partenaire numéro 3

II.7.1 Coordonnées du partenaire numéro 3 :

Jean-Marie Collet, Professeur

Service de toxicologie

UMONS

20 Place du Parc

7000 Mons

Tél. : 065/37.35.06 Fax : 065/37.35.26 e-mail : jean-marie.collet@umons.ac.be

II.7.2 Chercheurs et Techniciens engagés par le partenaire numéro2 :

L'engagement du personnel est-il conforme à ce qui a été prévu par la convention ? N

Un transfert de fonds du budget fonctionnement vers le budget personnel a été demandé, la main d'œuvre initiale n'ayant pas été suffisante à ce qui avait été prévu.

Chercheur N°1 (se référer au tableau du personnel de la convention)

Conotte, Raphaël, Docteur en Sciences biomédicales et pharmaceutiques

Fonction dans le projet de recherche : Chercheur

Date d'engagement / désengagement : 01/09/2015 au 30/09/2015

Tél. : 065/37.35.29 Fax : / e-mail : raphael.conotte@umons.ac.be

Chercheur N°2 (se référer au tableau du personnel de la convention)

Devalckeneer, Aude, Master en Sciences Biologiques

Fonction dans le projet de recherche : Chercheur

Date d'engagement / désengagement : 01/11/2015 au 31/12/2015

Tél. : / Fax : / e-mail : aude.devalckeneer@umons.ac.be

Les 3 composés sélectionnés précédemment pour avoir provoqué un retard de maturation significatif, à savoir : l'Atrazine, le Bentazone et l'Isoproturon n'ont pas été reconnus pour pouvoir former de liaison avec le récepteur aux œstrogènes (Tab.1).

Le Carbamazépine, le MCPA et le Diuron faisaient partie des composés ayant modifié la cinétique de maturation ovocytaire *in vitro* mais de manière non-significative. Ces composés ne formeraient également aucun lien avec le récepteur selon les probabilités calculées par le logiciel (Tab.2).

Bien qu'il semblerait que certaines autres molécules telles que le Diclofénac et le PFOA puissent créer un faible lien avec le récepteur, la fiabilité statistique de ces résultats reste faible (Tab.2).

La caractérisation aussi bien *in silico* que *in vitro* des produits de dégradation des substances témoins n'a malheureusement pas pu être effectuée jusqu'ici, les techniques de dégradation physico-chimique n'ayant pas encore abouti à ce stade de l'étude.

Conclusions :

La comparaison des résultats obtenus *in silico* avec les études *in vitro* sur ovocytes suggère que les composés positifs *in vitro* provoqueraient des effets de type « perturbateur endocrinien » sans impliquer directement le récepteur aux œstrogène. L'analyse basée sur la structure du xénobiotique ne peut donc être utilisée ici qu'en complément d'informations.

Il est ainsi nécessaire de continuer les études faites sur les ovocytes en laboratoire lors de l'analyse des produits de dégradation afin de détecter les effets réels sur la cinétique de maturation.

Tab. 1 : Tableau récapitulatif des études *in silico* et *in vitro* sur les 3 molécules identifiées comme « substances-cibles »:

| <u>Composés xénobiotiques testés</u> | <u>Caractérisation <i>in silico</i></u> | <u>Caractérisation <i>in vitro</i></u> |
|---|---|--|
| Atrazine | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.02 Reliability: High (RI = 0.92) LogRBA>0: 0.00 Reliability: High (RI = 0.93) | Retard de maturation, plus de vésicule germinative après 120' de mise en culture pour une concentration en Atrazine de 50 µM |
| Bentazone | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.04 Reliability: Moderate (RI = 0.53) LogRBA>0: 0.00 Reliability: High (RI = 0.83) | Retard de maturation, plus de vésicule germinative après 120' de mise en culture pour une concentration en Bentazone de 10 mM |
| Isoproturon | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.04 Reliability: High (RI = 0.83) LogRBA>0: 0.01 Reliability: High (RI = 0.89) | Retard de maturation, plus de vésicule germinative après 120' de mise en culture pour une concentration en Isoproturon de 1 µM |

Tab.2 : Tableau récapitulatif des études *in silico* et *in vitro* sur les autres composés xénobiotiques non-sélectionnés :

| <u>Composés xénobiotiques testés</u> | <u>Caractérisation <i>in silico</i></u> | <u>Caractérisation <i>in vitro</i></u> |
|--------------------------------------|---|--|
| Benzo(a)pyrène | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.03 Reliability: Borderline (RI = 0.43) LogRBA>0: 0.00 Reliability: High (RI = 0.97) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
| Tributylphosphate | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.04 Reliability: High (RI = 0.85) LogRBA>0: 0.01 Reliability: High (RI = 0.93) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
| BAM | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.02 Reliability: Moderate (RI = 0.71) LogRBA>0: 0.00 Reliability: Moderate (RI = 0.75) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
| Glyphosate | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.00 Reliability: High (RI = 0.92) LogRBA>0: 0.00 Reliability: High (RI = 0.81) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
| PFOA | Weak binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA between -3 and 0) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.66 Reliability: Borderline (RI = 0.48) LogRBA>0: 0.01 Reliability: Moderate (RI = 0.63) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |

| | | |
|---------------|---|--|
| Oxazépan | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.07 Reliability: Borderline (RI = 0.49) LogRBA>0: 0.00 Reliability: Moderate (RI = 0.66) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
| Paracétamol | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.15 Reliability: Moderate (RI = 0.67) LogRBA>0: 0.01 Reliability: High (RI = 0.81) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
| 4-NP1EC | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.41 Reliability: Not Reliable (RI = 0.18) LogRBA>0: 0.07 Reliability: Borderline (RI = 0.32) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
| Carbamazépine | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.12 Reliability: Not Reliable (RI = 0.22) LogRBA>0: 0.01 Reliability: Moderate (RI = 0.74) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
| Diclofénac | Weak binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA between -3 and 0) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.56 Reliability: Not Reliable (RI = 0.28) LogRBA>0: 0.02 Reliability: Moderate (RI = 0.64) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |

| | | |
|--------------|---|--|
| Diuron | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.07 Reliability: High (RI = 0.77) LogRBA>0: 0.00 Reliability: High (RI = 0.87) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
| Ibuprofène | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.05 Reliability: Moderate (RI = 0.63) LogRBA>0: 0.01 Reliability: High (RI = 0.76) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
| 2.4-D | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.05 Reliability: High (RI = 0.94) LogRBA>0: 0.00 Reliability: High (RI = 0.93) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
| Métolachlore | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.08 Reliability: High (RI = 0.78) LogRBA>0: 0.01 Reliability: High (RI = 0.92) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
| MCPA | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.04 Reliability: High (RI = 0.93) LogRBA>0: 0.01 Reliability: High (RI = 0.92) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
| Kétoprofène | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.06 Reliability: Borderline (RI = 0.45) LogRBA>0: 0.01 Reliability: High (RI = 0.77) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |

| | | |
|-------------------|---|--|
| Hydroxyibuprofène | No binding to Estrogen Receptor alpha (LogRBA<-3) Probability of Estrogen Receptor Binding: LogRBA>-3: 0.03 Reliability: Moderate (RI = 0.65) LogRBA>0: 0.00 Reliability: High (RI = 0.83) | Pas de modification de la cinétique de maturation ovocytaire |
|-------------------|---|--|

II.8.3. Quels sont les objectifs atteints et ceux qui ne le sont pas?

La tâche 2 est réalisée.

Parmi les 20 les substances xénobiotiques d'intérêt particulier, nous préconisons d'utiliser l'Atrazine, le Bentazone et l'Isoproturon comme substances-cibles. Les expériences réalisées afin d'identifier ces composés sont détaillées dans le rapport scientifique fourni en annexe.

La réalisation de la tâche 4 est dépendante de l'identification des produits de dégradations des composés soumis à la photodégradation

II.8.4. Les objectifs et/ou échéances ont-ils été modifiés?

Oui.

II.8.5. Le programme de travail original a-t-il été suivi?

Non

II.8.6. Difficultés rencontrées au point de vue scientifique et/ou de management

Les produits de dégradation n'ayant pas encore été identifiés, des modifications des objectifs ont dû être établies ce qui n'a pas permis aux acteurs de suivre le programme initial. Le remplacement successif du personnel scientifique au cours du semestre a empêché une activité de recherche continue.

II.8.8. Conclusions particulières du partenaire

La comparaison des résultats obtenus in silico avec les études in vitro sur ovocytes suggère que les composés positifs in vitro provoqueraient des effets de type « perturbateur endocrinien » sans impliquer directement le récepteur aux œstrogène. L'analyse basée sur la structure du xénobiotique ne peut donc être utilisée ici qu'en complément d'informations.

Il est ainsi nécessaire de continuer les études faites sur les ovocytes en laboratoire lors de l'analyse des produits de dégradation afin de détecter les effets réels sur la cinétique de maturation.

II.8.9. Prévisions du partenaire pour le prochain semestre ou la phase de valorisation

Réalisation de la tâche 4 sur de l'obtention des produits de dégradation des composés soumis à la photodégradation

II.8.10. Remerciement de tiers (assistance technique, soutien matériel et financier)**II.9. Rapport de mission à l'étranger (obligatoire pour le remboursement des frais)**

p.m

Annexes : PV des réunions

Compte rendu de la réunion d'évaluation WaterPOP

Du 15/09/2015

- Sylvie Lacombe (Université de Pau et des Pays de l'Adour, France)
- Valérie Hequet (Ecole des Mines de Nantes, France)
- Arnaud Vankerkove (Région Wallonne)
- Benoît Kartheuser (Certechn)
- Thierry Randoux (Certechn)
- Anne-Lise Hantson (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)
- Diane Thomas (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)
- Julien Gervasi (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)
- Florent Baudart (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)
- Arnaud Vandaele (UMONS – Génie des Procédés chimiques et biochimiques)
- Barbara Marchi (UMONS- Direction de l'Administration et Valorisation de la Recherche)
- Jean-Marie Colet (UMONS- Biologie et Toxicologie humaine)
- Manuel Podrecca (UMONS- Biologie et Toxicologie humaine)
- Marion Rousset (Almadius)
- Bruno Michel (Airwatec)
- Pol Wilmet (Eloy Water)

Excusés :

- Olivier Bastin (Almadius)
- Sébastien Ronkart (Société Wallonne Des Eaux)

Rédaction : Anne-Lise Hantson et Florent Baudart

Lieu de la réunion : UMONS

Agenda de la réunion :

09h15 -09h30 : Accueil des participants (Salle de cours de chimie organique)

09h30 - 09h45 : Présentation générale du projet et des partenaires, ainsi que des membres du Comité de pilotage et des experts.

09h45 - 10h25 : Présentation des travaux et des résultats du Certechn pour le projet WaterPOP par M. Kartheuser

10h40 - 10h50 : Questions-réponses sur la présentation du Certechn

10h50 - 11h05 : Pause-Café

11h05 - 11h45 : Présentation des travaux et des résultats du SGPCB-UMONS pour le projet WaterPOP par M. Gervasi

11h45 - 11h55 : Questions-réponses sur la présentation du SGPCB-UMONS

11h55 - 12h15 : Présentation des travaux et des résultats du Service de Biologie de l'UMONS pour le projet WaterPOP par M. Podrecca

12h15 - 12h25 : Questions-réponses sur la présentation du Service de Biologie

12h30 - 13h30 : Lunch (Salle Céramique)

13h30 - 14h00 : Questions-réponses avec l'ensemble des équipes du projet

14h00 - 14h30 : Discussion à huis clos des experts, du comité de pilotage et du représentant de la Région Wallonne pour la poursuite du projet

14h30 - 15h00 : Avis et discussion

Le compte-rendu de la réunion reprend les principales questions suite aux présentations, les diaporamas ainsi que le rapport des experts sont repris en documents annexés. Une réunion entre le Certechn et l'UMONS sera planifiée pour permettre la prise en compte au mieux des propositions faites lors de la réunion tant par les partenaires industriels que par les expertes.

Questions-réponses suite à la présentation du Certech.

- **Quel est l'avantage réel du TiO_2 ?** Un traitement uniquement par UV ne serait-il pas suffisant ? La photocatalyse sur TiO_2 permet d'augmenter le taux de dégradation et de s'approcher d'une dégradation complète. Cependant le pourcentage de dégradation dû uniquement à la photolyse n'est pas connu. Il sera donc important d'évaluer la part de la photolyse par rapport à la photocatalyse.

- **Pourquoi effectuer des essais sous UV-A et sous UV-C, ne faudrait-il pas fixer directement une longueur d'onde avec laquelle travailler ?** Le réacteur Cintropur® fonctionne à 254 nm néanmoins cela consomme beaucoup d'énergie, c'est pourquoi les longueurs d'onde plus élevées peuvent être intéressantes pour l'utilisation du même revêtement photocatalytique dans des réacteurs de plus grandes tailles où l'action germicide n'est pas requise.

- **L'eau passe une seule fois dans le réacteur, le temps d'irradiation par les UV n'est-il pas trop court ?** C'est pour cette raison que l'intérieur du réacteur est rempli par un support présentant une surface présentant des propriétés adsorbantes vis-à-vis des polluants et que l'ensemble de l'espace entre le réflecteur et la gaine de quartz sera potentiellement utilisé.

Questions-réponses suite à la présentation du SGPCB.

- **Le nombre de formulations analysées est important, pourquoi utiliser autant de formulations et pourquoi utiliser le dip-coating ainsi que le spray-coating ?** Le dip-coating permet sans doute une meilleure reproductibilité et permet de diminuer l'épaisseur des films et de réduire la taille des agrégats. Mais il est vrai que le nombre de formulations analysé est important. Il faudra dans un délai raisonnable (d'ici décembre) faire choix de 2 ou 3 formulations qui seront évaluées de façon plus spécifique.

- **Le dip-coating est-il envisageable à l'échelle industrielle ?** Oui, il semble que cette technique puisse être utilisée. Il est à noter qu'effectuer un dip-coating sur une plaque ou sur un tube est assez différent.

- **Pourquoi vouloir à tout prix diminuer l'épaisseur de la couche de catalyseur ?** Le but est de permettre aux UV de se diffuser dans l'ensemble de l'espace entre le réflecteur et la gaine de quartz. Cependant, d'après les expertes l'intensité de la lampe est telle que le rayonnement UV traversera facilement une couche de catalyseur, même si elle est épaisse. M. Michel propose aussi d'envisager le dépôt du catalyseur sur le réflecteur.

- **Pourquoi vouloir recouvrir l'enveloppe en quartz de catalyseur ?** La raison semble être historique au projet, cependant en recouvrant le réflecteur et non pas l'enveloppe, le réacteur garderait sans aucun doute ses capacités de stérilisateur.

Avis et discussion suite à la réunion à huis clos des experts, du comité de pilotage et du représentant de la Région Wallonne.

- Le sujet est pertinent et d'actualité.

- De nombreux essais ont été effectués.

- Il est possible de relier les essais effectués à ce qui existe déjà dans la littérature et ce qui a déjà été réalisé auparavant.

- Il est important de redéfinir les objectifs du projet et de mettre des priorités et de s'appuyer sur l'expertise des trois équipes afin d'éviter une dispersion des essais et améliorer l'efficacité de la démarche expérimentale.

- L'eau traitée risque de polluer le catalyseur et de diminuer sa transparence aux UV.

Les tâches à accomplir d'après les expertes sont les suivantes:

- Définir une géométrie en accord avec l'ensemble des participants aux projets.

- Identifier les performances des systèmes de mesures et valider les techniques et protocoles analytiques.

- Valider les formulations en quantifiant les pertes de Si et de Ti.

- Mesurer le ratio entre la photocatalyse et la photolyse lors de la dégradation.

- Mesurer le pourcentage de produits qui sont dégradés lors de leur passage dans le réacteur.

- Il faut savoir que le réacteur Cintropur® coûte environ 150 euros dans le commerce. Une augmentation de 10 à 15 euros est envisageable pour la fonction "photocatalytique" à condition que la fonction de stérilisation garde les mêmes performances microbiologiques (biocides).

Rapport d'expertise sur le projet WATERPOP Université de Mons – CERTECH

Etabli le 17/09/2015 par

Dr. Valérie Héquet, Ecole des Mines de Nantes, GEPEA - UMR CNRS 6144

Dr. Sylvie Lacombe, Directeur de recherche CNRS, IPREM UMR CNRS

5254, Université de Pau et Pays de l'Adour

La réunion à mi-parcours du projet WATERPOP s'est tenue à l'Université de Mons le 17 septembre 2015 en présence de deux experts, Valérie Héquet et Sylvie Lacombe. Cette réunion avait pour objet l'évaluation de l'avancement du projet WATERPOP grâce au document écrit fourni par les partenaires du projet et à l'exposé oral des travaux effectués. A l'issue de cette journée de restitution, les experts soumettent leur analyse et leurs recommandations.

Les experts trouvent le sujet du projet WATERPOP pertinent et d'actualité: l'élimination des polluants organiques persistants (POP) dans les eaux résiduaires est en effet un véritable challenge lié à leur toxicité à long terme et à leurs très faibles concentrations. Les avancées dans ce domaine peuvent avoir une forte valeur ajoutée.

Les experts tiennent à souligner l'importance des travaux accomplis par les partenaires et la quantité de résultats obtenus, probablement valorisables sous réserve de leur mise en perspective par rapport aux données bibliographiques et de leur interprétation plus poussée. Les experts ont identifiés différents points forts et points faibles au projet et proposent des recommandations comme mentionné ci-dessous.

Points forts:

- objectifs du projet avec des applications potentielles valorisables dans le domaine du traitement de l'eau,
- très bon consortium constitué de partenaires complémentaires,
- avancée du projet en adéquation avec le programme proposé,
- résultats pertinents obtenus sur la toxicologie des POP retenus dans le projet. Les tests pourront être éventuellement étendus à leurs sous-produits de dégradation.

Points faibles:

- priorisation des objectifs des différentes tâches pas suffisamment définie à ce stade,
- faiblesses en termes de communications scientifiques entre les différents partenaires,
- mise en perspective des méthodes expérimentales et des résultats obtenus insuffisante au regard des données des autres partenaires ou des données bibliographiques,
- manque de visibilité sur les paramètres influents et les méthodes de mesures expérimentales nécessaires à court, moyen et long terme.

Recommandations :

Il reste 18 mois de travail sur ce projet. Afin de remplir ses objectifs applicatifs dans le domaine du traitement de l'eau, les experts recommandent en premier lieu de prioriser les objectifs de chacun des partenaires en leur fixant une « deadline ».

L'un des points essentiels pour progresser rapidement est la définition précise et conjointe par l'ensemble des partenaires d'un système de traitement de laboratoire constitué du réacteur et du matériau photocatalytique adéquat : les points critiques sont la géométrie du réacteur, le matériau

qui supportera la formulation photocatalytique, et le choix de cette dernière. Les experts recommandent de ne sélectionner que 3 ou 4 formulations maximum dont les propriétés photocatalytiques et d'adsorption sont avérées et qui seront caractérisées plus complètement dans une étape ultérieure.

Les paramètres opératoires influents devraient également être clairement établis par tous les partenaires : débit de l'eau, température, intensité lumineuse, qualité de l'eau, ... En particulier, l'influence de la nature du rayonnement (UVA ou UVC) doit être précisée.

Les points spécifiques à analyser pour une éventuelle application industrielle concernent en premier lieu les pourcentages d'abattement des POPs en UVA et en UVC, leur minéralisation, ainsi que la stabilité des revêtements photocatalytiques (émission possible de TiO_2 et/ou SiO_2 dans l'eau traitée). L'analyse des sous-produits éventuellement formés pourra découler de la détermination préliminaire de leur possible toxicité.

Ces études peuvent exiger de travailler à plusieurs niveaux de concentration et impliquent une optimisation et une complémentarité des compétences analytiques de l'ensemble des partenaires.

Pour conclure, une meilleure coordination des partenaires et des actions à mener en mettant à profit leur complémentarité serait un avantage majeur pour la progression du projet vers de possibles applications industrielles.

Procès-verbal de la réunion Waterpop du 16 octobre

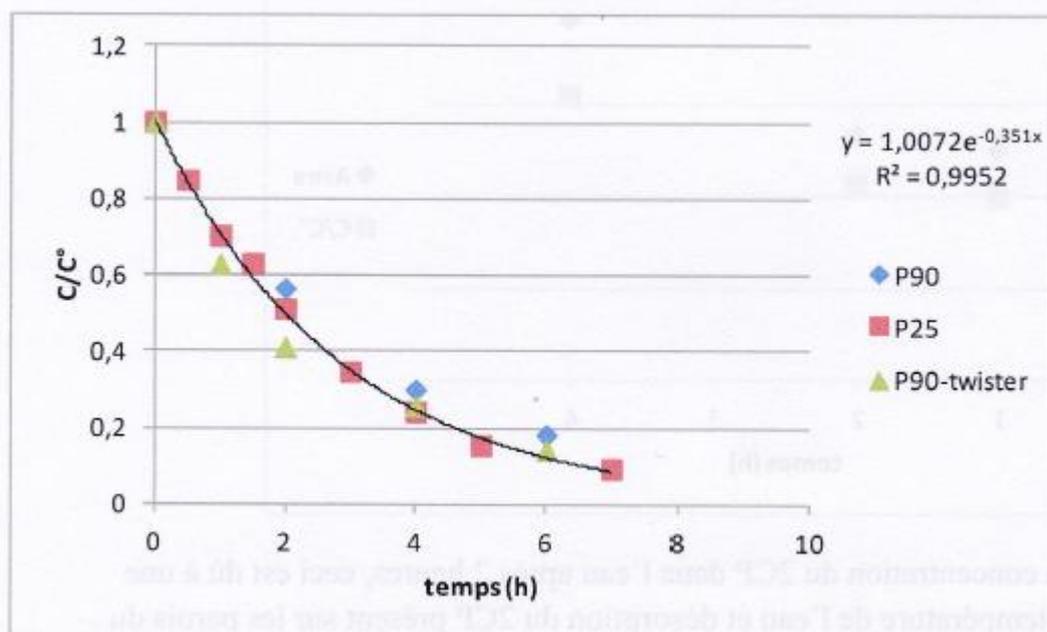
Présents : Benoît Kartheuser, Diane Thomas, Julien Gervasi, Florent Baudart, Anne-Lise Hantson

Rédaction : Anne-Lise Hantson

L'objet principal de la réunion concernait la prise en compte dans le projet des recommandations reçues lors de la réunion d'évaluation et la priorisation des essais d'ici la fin de l'année civile.

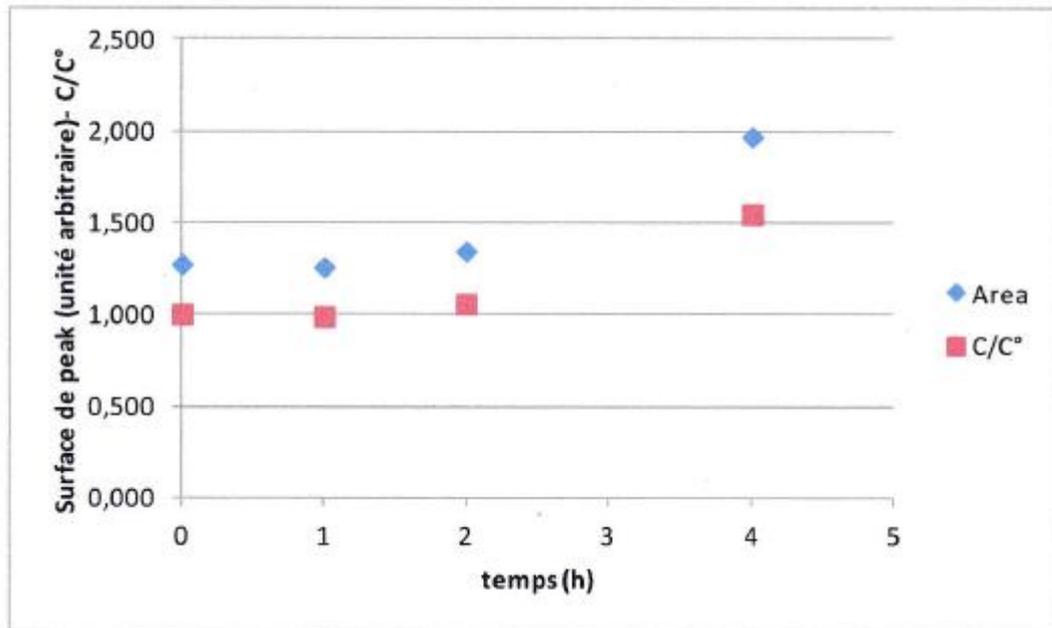
Lors de cette réunion, les divers développements des équipes du Certech et de l'UMONS-GPCB ont été présentés entre autres :

-
- Pour le Certech :
 - Des formulations avec du TiO₂ P90 (Evonik® anatase 99%) en lieu et place du TiO₂ P25 ont été menées. La formulation a pour avantage de donner une meilleure uniformité aux surfaces recouvertes des plaques. Cette formulation REF P90 a été testée sur le chlorophénol et donne des résultats similaires.



- Des essais de pertes de photocatalyseurs sous débit d'eau n'ont pas montré la présence de particules en suspension (technique utilisée : ELSD, tailles de particules entre 5nm et 7 μ m)) ni de pertes de poids significatives.

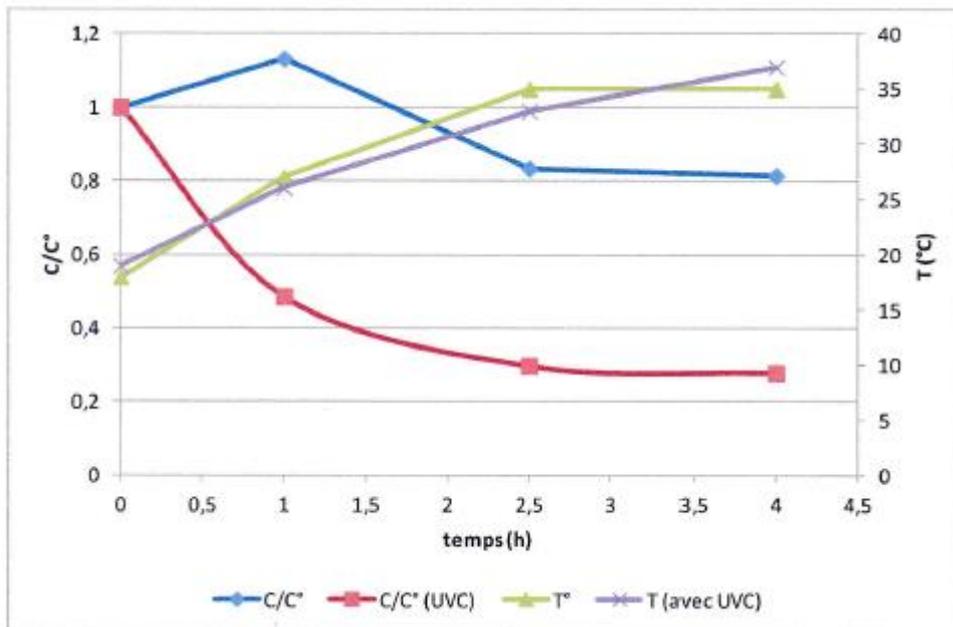
- Un montage avec le Cintropur® a été réalisé à l'aide d'une pompe Karcher avec réducteur de débit pour travailler à 1.2m³/h. Ce montage comporte un système de refroidissement, et un réservoir de 40 litres. En l'absence de système de refroidissement, l'eau atteint une température de 45°C après 4 heures d'essai.



L

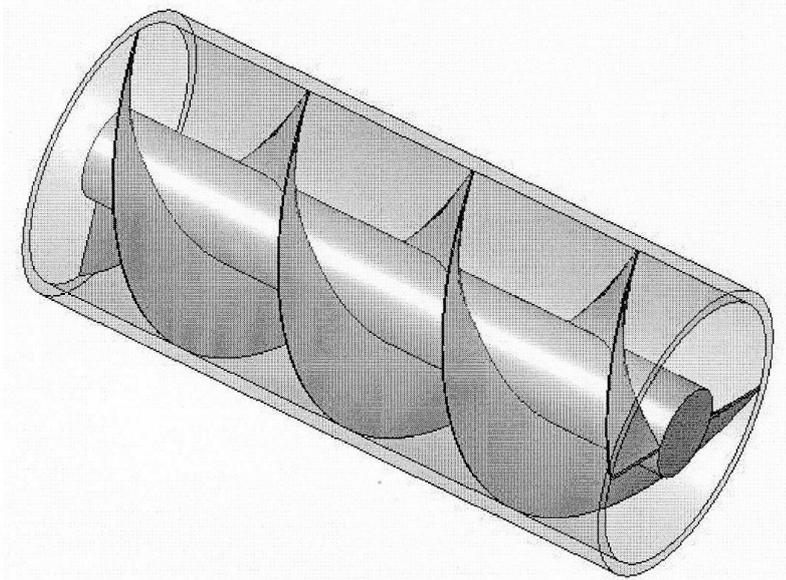
ors de cet essai la concentration en CP augmente au cours du temps suite à la désorption du CP sur les parois du composé sous l'effet de l'augmentation de la température.

- Avec le système de refroidissement, environ 20% de la concentration en CP initiale est adsorbée après 4 heures de test ; sous irradiation UVC, environ 70% du CP disparaît par l'action cumulée de la photolyse et de d'adsorption.

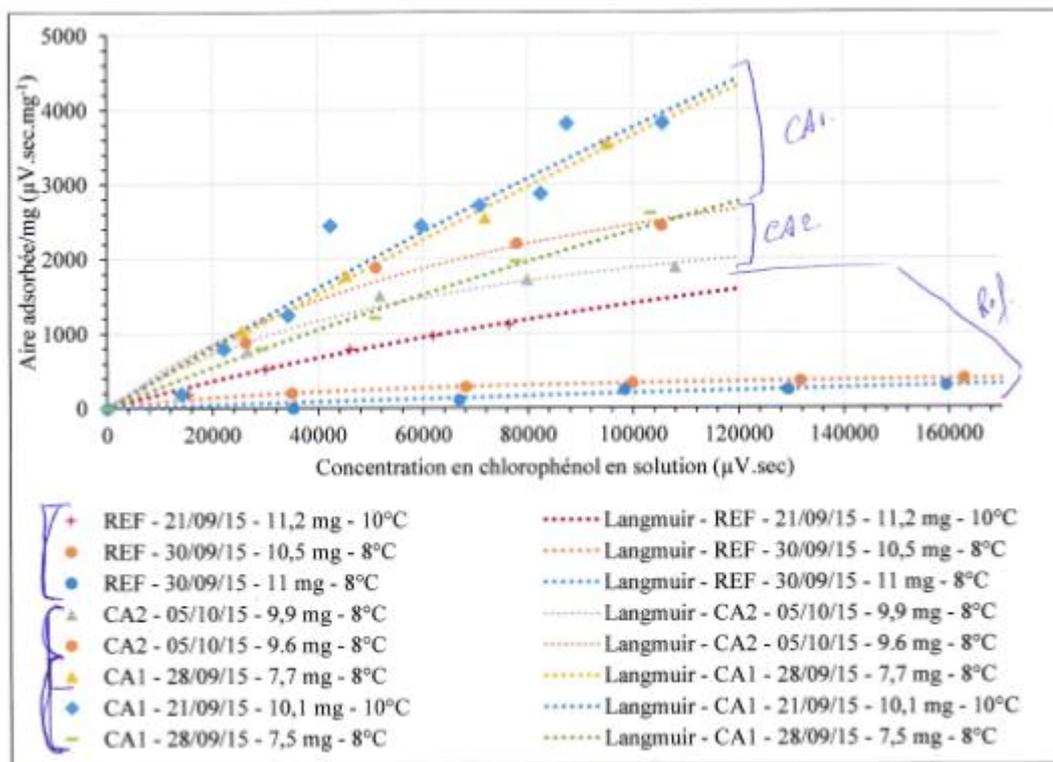


- Dans essais avec le photocatalyseur supporté sur plaque de verre placé dans le Cintropur® ont aussi été tenté mais les plaques s'abiment légèrement.

- La méthode de quantification par HPLC de Certech permet d'atteindre des meilleures performances. Benoît Kartheuser transmettra le protocole pour comparaison.
- Une proposition de support métallique hélicoïdal a été faite de façon à garder l'action germicide la plus efficace possible.



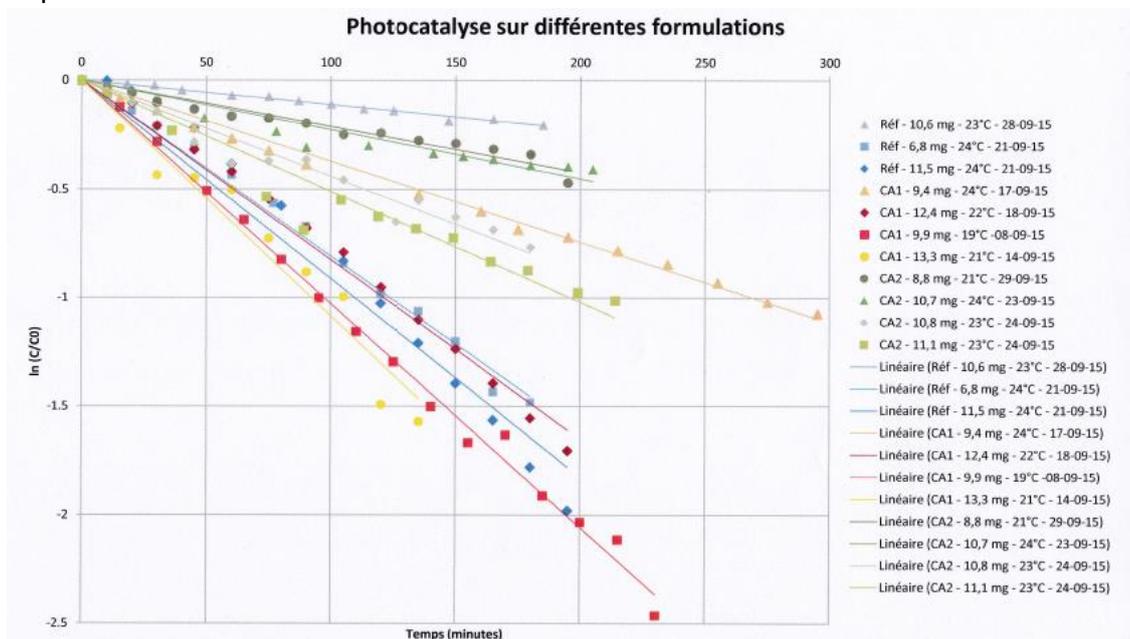
- Pour l'UMONS – GPCB :
 - Les tests d'adsorption du chlorophénol sur des lames de verre (lames de microscope) coatées sur les deux faces par spray avec les différentes formulations contenant du TiO_2 P25. Ces tests ont montré trois comportements distincts dont un comportement présentant une adsorption faible lors de l'utilisation e la formulation REF, avec une grande dispersion des résultats obtenus. Le revêtement obtenu avec la formulation CA1 donnant les meilleurs résultats en adsorption.



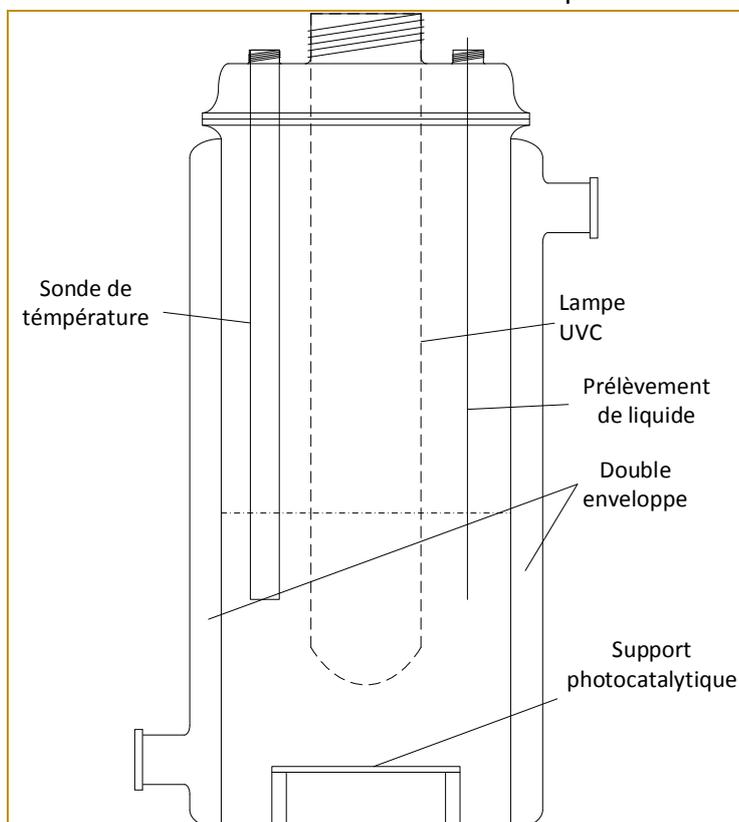
Constatations :

Etant donné les tendances qui sont constatées, il est évident que la formulation CA1 présente un pouvoir adsorbant supérieur aux autres formulations.

- Les tests de photocatalyse du chlorophénol (0.5 ppm) avec les UVA montrent une grande variabilité quelle que soit la formulation utilisée. Cette dernière est probablement liée à l'application sur les 2 faces des lames de microscope des formulations. A ce stade, mis à part la confirmation de la cinétique d'ordre 1, aucune autre conclusion ne peut être tirée de ces essais. Les essais seront réitérés sur des plaques de 10x10 cm² coatée sur une seule face avec un volume plus important de solution.



- La validation de la méthode analytique de dosage du chlorophénol avec l'HPLC est encore en cours, la LOD est de 23 ppm et la LOQ de 77 ppm.
- Un photoréacteur a été commandé afin de faire des tests dans des conditions d'irradiation similaire à celle dans le Cintropur® mais en batch.



- Des essais de photolyse sous UVC des composés doivent être entrepris.
- Ainsi que la commande de quantités adéquates de pesticides-cibles pour les tests, un système transparent aux UVC pour l'étude des cinétiques de photodégradation.

Suite à cette réunion, voici les priorités pour les derniers mois de l'année civile :

- Tester les formulations sur un support métallique d'un point de vue adhérence (support de type aluminium ultrapoli, poli miroir)
- Finaliser les tests avec le CP à l'UMONS et démarrer les tests avec les molécules cibles : méthodes analytiques, photodégradations, ...
- Calculer la surface de catalyseur nécessaire à un taux d'abattement donné
- Mesurer l'énergie d'irradiation dans les systèmes UMONS avec spectromètre disponible au Certech.
- Acquérir du P90 à l'UMONS pour travailler sur les mêmes formulations qu'au Certech
- Acquérir des boîtes de pétri de 20 cm de diamètre pour les tests de photocatalyse, adapter un couvercle transparent aux UV c..

Annexes : Poster GEPROC



Design of a photocatalytic process for the removal of persistent organic micropollutants for the drinkwater's production from natural water

Julien GERVASI*, Diane THOMAS, Anne-Lise HANTSON

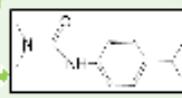
Chemical and Biochemical Process Engineering Unit, Faculty of Engineering of Mons, University of Mons, Belgium

*Julien.Gervasi@umons.ac.be

Context of the study

- Conventional wastewater treatments are inefficient
- POMs are detected in natural water
- Toxic effects for the living beings (carcinogenic effect, endocrine disruptor, etc.)
- Need of an efficient treatment from the class of advanced oxidation processes (AOPs)

Examples of POMs



isoproturon
Weedkiller

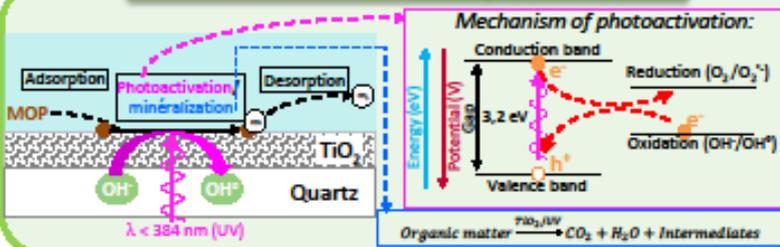


Bentazone
Weedkiller



Atrazine
Forbidden weedkiller by the European Laws

Photocatalysis principle on TiO₂/quartz support



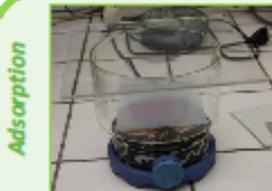
Optimization of the supported photocatalyst

- Good photocatalytic activity
- Good mechanical stability
- Good adsorbent capacity to preconcentrate organic traces
- Developing an high surface area
- Relatively good longevity

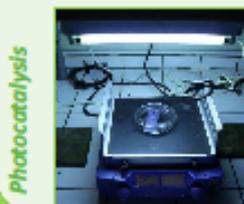
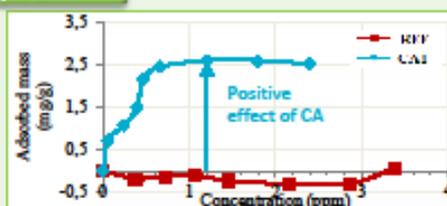
Investigation of 2 types of coatings: TiO₂ particles, Silica particles, TEOS (« REF ») + activated carbon (« CA1 »)

| Main features | Analytical tools | Rough size |
|--|---|--|
| Coating mass | Analytical balance | Area density: 0,2 - 0,6 mg.cm ⁻² |
| Surface texturing/Structure | SEM (Scanning Electron Microscopy) | - |
| Thickness | 3D Optical Microscopy | - |
| Specific area | Profilometer | 0,2 - 6 µm |
| Transmission and reflectance to UVC (254 nm) | BET analyses (Brunauer-Emmett-Teller) | REF: 45 m ² .g ⁻¹ CA1: 110 - 128 m ² .g ⁻¹ |
| Adsorption capacity | Spectrophotometer | Transmission: 10% for 1 - 1,5 µm Reflectance: 3,2 - 3,3 eV |
| Photocatalytic efficiency | Adsorption tests with a reference molecule (chlorophenol) | - |
| | Photocatalytic tests with a reference molecule | - |

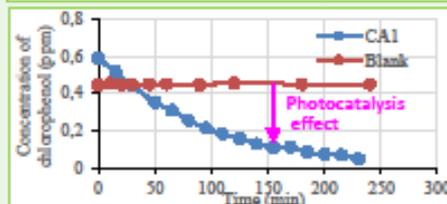
Adsorption & photocatalysis tests



| Parameters | Values |
|-------------------|--------------------------|
| Volume | 160 ml |
| Mass coating | 0,25 mg.cm ⁻² |
| Adsorbed molecule | 4-chlorophenol |
| Temperature | Ambient |
| Analytical tools | HPLC-PDA |



| Parameters | Values |
|-------------------|-------------|
| Temperature | 20°C |
| Agitation speed | 250 rpm |
| Volume | 50 ml |
| Light power (UVA) | 3 X 8 watts |



Annexes : Documents relatifs au Congrès ECCE10

Abstract Submission

Submission-914

Topic : / Technological innovation for water management in the urban and industrial context (workshop) / ECCE10 / Water and wastewater treatments, advanced and sustainable technologies

DESIGN OF A PHOTOCATALYTIC PROCESS FOR THE REMOVAL OF PERSISTENT ORGANIC MICROPOLLUTANTS FOR THE DRINKWATER'S PRODUCTION FROM NATURAL WATER

Julien Gervasi¹, Anne-Lise Hanson¹, Diane Thomas¹
¹Chemical and Biochemical Engineering, UMONS, Mons, Belgium

Authors of the abstract come from :: University or Research Institution

Submit **four** abstract below (400 words): Natural water is a resource threatened by its increasing use in the industrial, agricultural, household fields, etc. Solutions like (waste)water treatment plants are important to purify it and obtain a drinkable water. From all the pollutants possibly detected in the water, this study focuses on organic micropollutants passing through the conventional physicochemical and biological processes applied in the wastewater treatment plants due to their high chemical resistance and low concentration level. In addition, numerous micropollutants must exhibit toxic effects for the living beings like endocrine disruptor, carcinogenic effect, etc.

For that purpose, advanced oxidation process (AOP) were developed and have demonstrated high efficiency against more concentrated organic compounds (mg/L). Among the AOPs, this paper discusses about the photocatalysis which is the activation by the light of a catalyst, like the well-known TiO₂. Comparatively to the others AOPs, the advantages are non-use of dangerous chemical products like H₂O₂ and consequently avoid the extra-cost due to a special storage, the low energy consumption in comparison to the sonolysis and photolysis processes.

The main goal of the project is to design an innovative photoreactor from which key parameters will be determined to allow the scaling-up of the process at an industrial scale. The laboratory device is based on a commercial UV-sterilisation unit in which an efficient and rugged photocatalytic substrate will be adequately incorporated. Currently, the researches are focused on the development of the photocatalytic substrate.

Water purification by photocatalysis has often been studied using suspensions of TiO₂ in heated water, this approach required an expensive recovery step to remove dispersed powders. This problem is avoided by coating the photocatalyst on a quartz substrate. Prior to the geometry selection, the composition of a colloidal suspension, based on a study [1], was optimized to improve the stability of the coating while keeping good photocatalytic performances. The evaluation was performed by nanoscratch and hydraulic tests.

In addition, the very low concentration levels (µg/L) of pollutants required the optimisation of the adsorption property that can be applied before the photodegradation and promote the overall efficiency of the process. In that way, additives are tested in adsorption assays. Preliminary results showed, in good agreement with the literature, a positive effect of the active carbon.

Other characterisation technics like BET analysis, SEM analysis, transmission and profilometry tests are investigated. Taking into account all the data, the coating with the most interesting properties will be selected and kinetics of photodegradation will be determined in the second phase of the work for the design of the reactor.

Type of presentation :: Poster

Highlight 1: Removal of persistent organic micropollutants in natural water by photocatalysis

Highlight 2: Characterisation of TiO₂ coatings

Highlight 3: Design of a photoreactor based on a commercial UV-sterilisation unit

Reference 1 :: S. Kim, m. Kang, and s. Choung, "preparation of a tio2 film using a teos binder and its application to the photodegradation of benzene," j. Ind. ..., vol. 11, no. 3, pp. 416-424, 2006.

Slides de la présentation à l'ECCE10

Diapositive 1

10th European Congress of Chemical Engineering
 3rd European Congress of Applied Biotechnology
 5th European Process Intensification Conference

ECCE 10 + ECAB 3 + EPIC 5

Design of a photocatalytic process for the removal of persistent organic micropollutants for the drinkwater's production from natural water

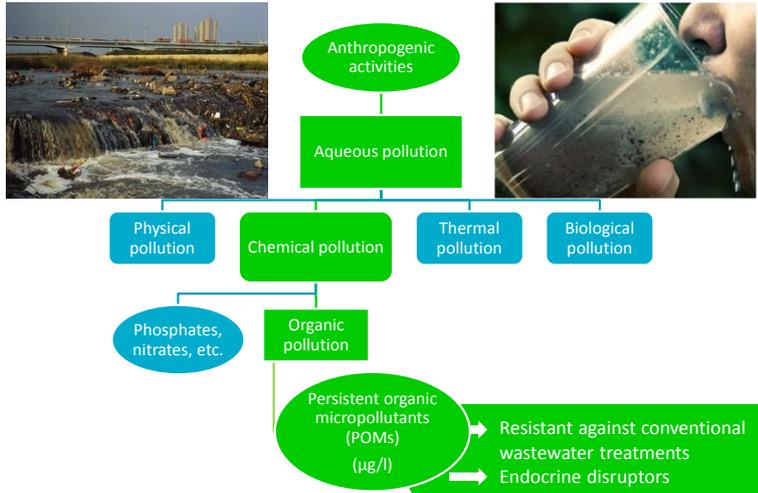
Ir Julien Gervasi
 Directors of thesis: Prof. Diane Thomas & Anne-Lise Hantson

Chemical and Biochemical Process Engineering Unit



Diapositive 2

Context of thesis



Anthropogenic activities

Aqueous pollution

Physical pollution

Chemical pollution

Thermal pollution

Biological pollution

Phosphates, nitrates, etc.

Organic pollution

Persistent organic micropollutants (POMs) (µg/l)

Resistant against conventional wastewater treatments

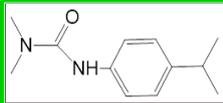
Endocrine disruptors

University of Mons | Ir Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 2015

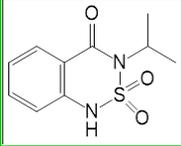
Diapositive 3

Targeted organic micropollutants

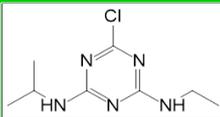
Selection of 3 resistant organic micropollutants:



Isoproturon



Bentazone



Atrazine

→ Weedkillers
→ Endocrine disruptor effect detected by toxicological tests

University of Mons | Ir Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 2015 3

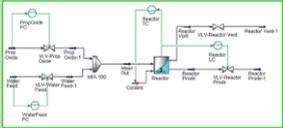
Diapositive 4

Aims of the thesis

Design of a pilot-laboratory device based on an **UVC sterilisation unit** for the removal of persistent organic micropollutants (POMs) using the heterogeneous photocatalysis



Development of simulation and scale-up tools



Integration of the process in the water treatment sector



Industrial partnership

University of Mons | Ir Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 2015 4

Diapositive 5

Heterogeneous photocatalysis

Advanced Oxidation Processes (AOPs):

Advantages:

- Production of reagents *in situ*:
 - Avoid the storage of dangerous compounds like H_2O_2 , UV , O_3 , UV
 - Avoid the costs link to the purchase, the transport
- Homogeneous production
- Mineralisation of a large panel of organic compounds
- Easy to apply and use

Photocatalysis (TiO_2/UV)

| Redox couple | Reaction | Potential, (V/ENH), 25°C |
|---|--|--------------------------|
| $\text{OH}^\bullet/\text{H}_2\text{O}$ | $\text{OH}^\bullet + \text{H}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O}$ | 2,81 |
| O_3/O_2 | $\text{O}_3 + 2\text{H}^+ + 2 \text{e}^- \rightarrow \text{O}_2 + \text{H}_2\text{O}$ | 2,07 |
| $\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$ | $\text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{H}^+ + 2 \text{e}^- \rightarrow 2 \text{H}_2\text{O}$ | 1,77 |
| $\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}$ | $\text{MnO}_4^- + 8 \text{H}^+ + 5 \text{e}^- \rightarrow \text{Mn}^{2+} + 4 \text{H}_2\text{O}$ | 1,51 |

University of Mons
Ir Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 2015
5

Diapositive 6

Principle of the heterogeneous photocatalysis:

Activation of a semi-conductor (usually TiO_2) which under an energetic light irradiation leads to redox reactions at its surface.

TiO₂ (anatase):

Reduction ($\text{O}_2/\text{O}_2^{\bullet-}$)

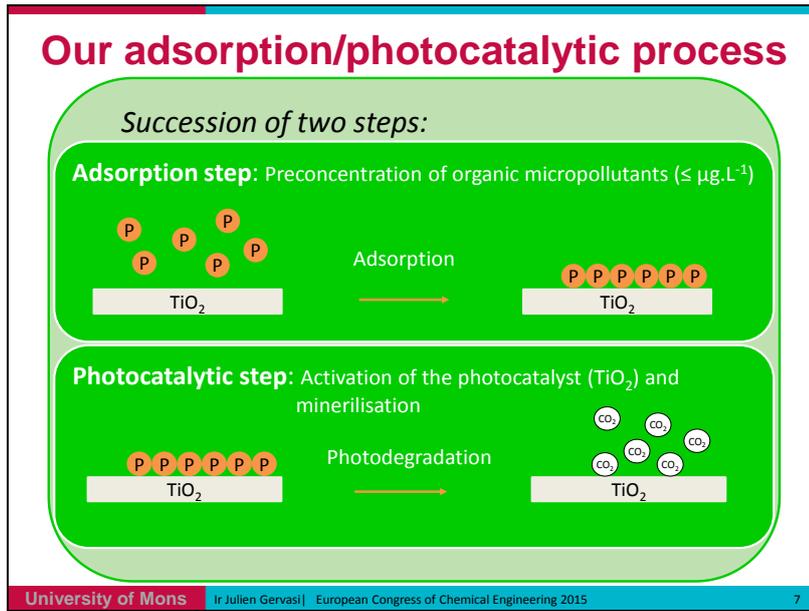
Oxidation ($\text{OH}^-/\text{OH}^\bullet$)

$$\text{Organic pollutants} \xrightarrow{\text{TiO}_2/\text{UV}; \text{H}_2\text{O}/\text{O}_2} \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2 + \text{By-products} + \text{Anions}$$

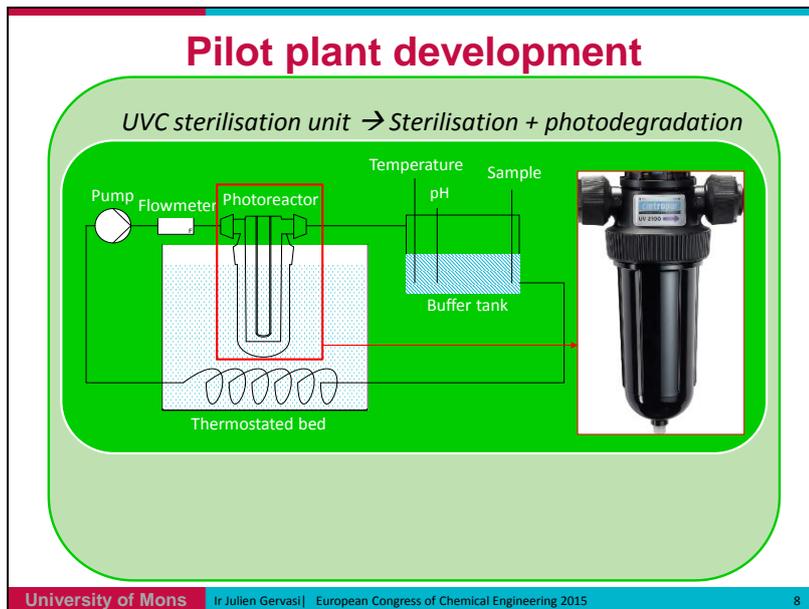
By-products
to avoid !

University of Mons

Diapositive 7



Diapositive 8



Diapositive 9

Pilot plant development

Supported photocatalyst:

Reflector Quartz

Photocatalytic reaction

University of Mons | Ir Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 2015 | 9

Diapositive 10

Development of a photocatalytic support

Optimization of the supported photocatalyst:

Photocatalytic formulation

+

Support

- Good photocatalytic activity
- Good mechanical stability
- Good adsorbent capacity to preconcentrate organic traces
- Developing an high surface area
- Relatively good longevity

Partnership with a research institute:

University of Mons | Ir Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 2015 | 10

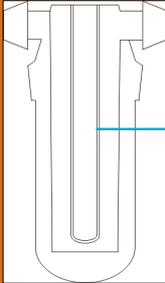
Diapositive

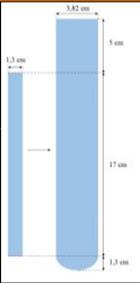
11

Development of a photocatalytic support

Design of a pilot-laboratory plant based on an UV sterilisation unit:

➤ First experimental support:







- 8 welded fins on the quartz sheath
- Improvement of the area: 218 cm² → 572 cm²
- Spray-coating with an efficient photocatalytic formulation

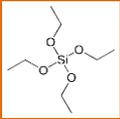
University of Mons | Ir Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 2015 11

Diapositive

12

Development of a photocatalytic support

2 formulations are investigated:



Tetraethyl orthosilicate (TEOS)
Sol-gel precursor



TiO₂ particules (Aeroxide P25®)
under a mix anatase/rutile forms



Aqueous suspension of silica particles (Ludox AS 40®)



+

1 base formulation: « REF »

↓ + Activated carbon to promote adsorption capacity

1 formulation: « CA1 »

University of Mons | Ir Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 2015 12

Diapositive

13

Caracterization of coatings

| Main features | Analytical tools | Rough size | |
|--|--|---|--|
| Coating mass | Analytical balance | Area density: 0,2 - 0,6 mg.cm ⁻² | |
| Surface texturing/Structure | SEM (Scanning Electron Microscopy) | - | |
| Thickness | 3D Optical Microscopy | - | |
| Specific area | Profilometer | 0,2 - 6 μm | |
| Transmission and reflectance to UVC (254 nm) | BET analases (Brunauer-Emmett-Teller) | REF: 45 m ² .g ⁻¹ | CA1: 110 – 128 m ² .g ⁻¹ |
| Adsorption capacity | Transmission and reflectance analysis by a spectrophotometer | Transmission: 10% for 1 – 1,5 μm Reflectance: 3,2 – 3,3 eV | |
| Photocatalytic efficiency | Adsorption tests with a base molecule (chlorophenol) | - | |
| | Photocatalytic tests with a base molecule (chlorophenol) | - | |

University of Mons | Ir Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 2015 | 13

Diapositive

14

Development of a photocatalytic support

Secondary Electron Microscope:

Formulation: REF

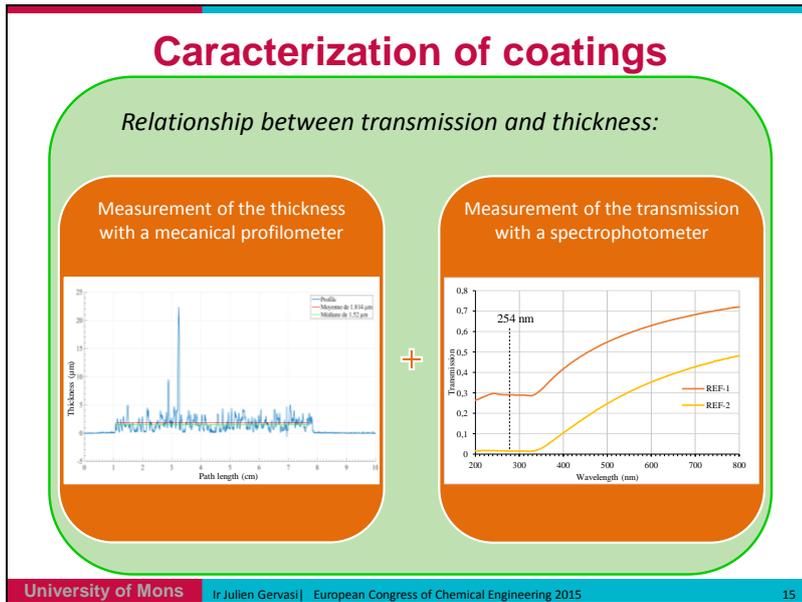
Magnification: x1000

Magnification: x3000

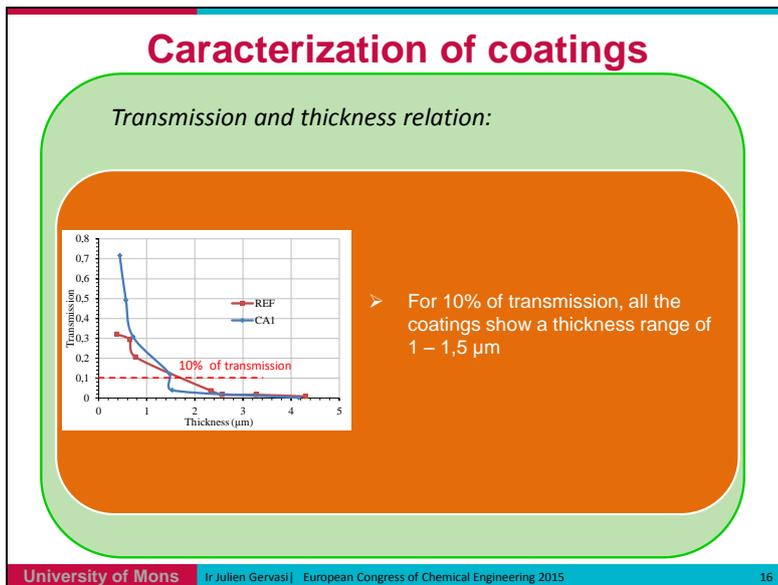
- Heterogeneous surface with two phases:
 - Foreground: aggregates of TiO₂ and SiO₂ particules
 - Background: amorphous phase
- Presence of cracks possibly due to the thermal treatment

University of Mons | Ir Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 2015 | 14

Diapositive
15



Diapositive
16



Diapositive
17

Caracterization of coatings

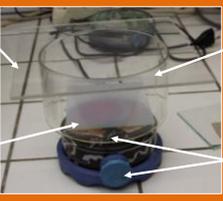
Adsorption capacity, first experimental isotherms:

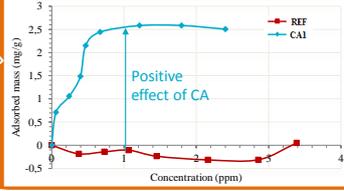
Glass slab to limit evaporation phenomenon

Crystallizer
Volume: 1,2 L
Diameter: 14,5 cm
Height: 7,5 cm

Photocatalytic support:
Glass 10x10x0,4 cm
Coating on the 2 sides

Magnetic bar and agitator





| Parameters | Values |
|-------------------|-------------------------|
| Volume | 160 ml |
| Mass coating | 0,25 mg.cm ² |
| Adsorbed molecule | 4-chlorophenol |
| Temperature | Ambient |
| Analytical tools | HPLC-PDA |

University of Mons
Ir Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 2015
17

Diapositive
18

Caracterization of coatings

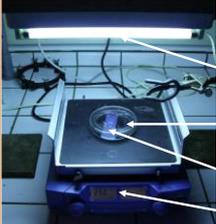
Photocatalytic efficiency, experimental apparatus:

UVA/UVC lights

Glass photoreactor

Photocatalytic support

Orbital shaker

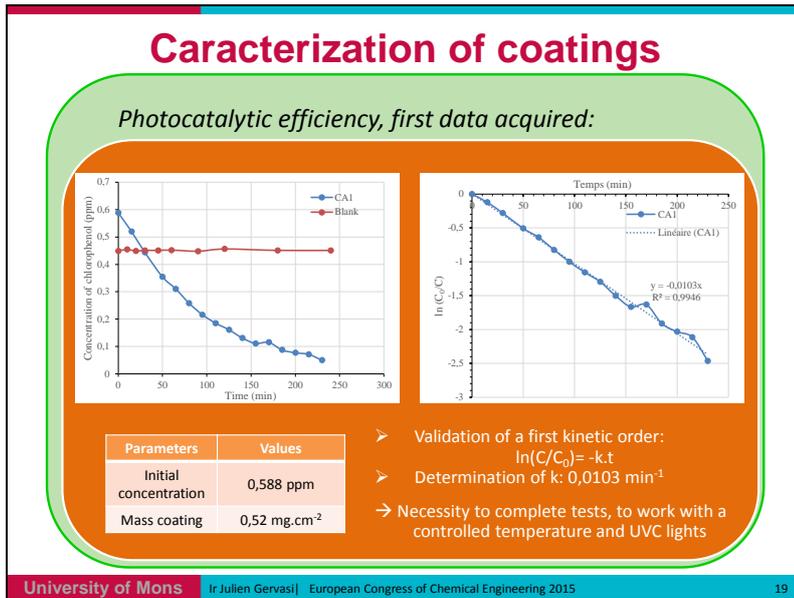


| Parameters | Values |
|------------------------|-------------------------|
| Temperature | 20°C |
| Agitation speed | 250 rpm |
| Volume | 50 ml |
| Photocatalytic support | Glass 7,5x2,5x0,1 cm |
| Photodegraded molecule | 4-chlorophenol |
| Analytical tool | HPLC-PDA |
| Light power (UVA) | 3 X 8 watts |

University of Mons
Ir Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 2015
18

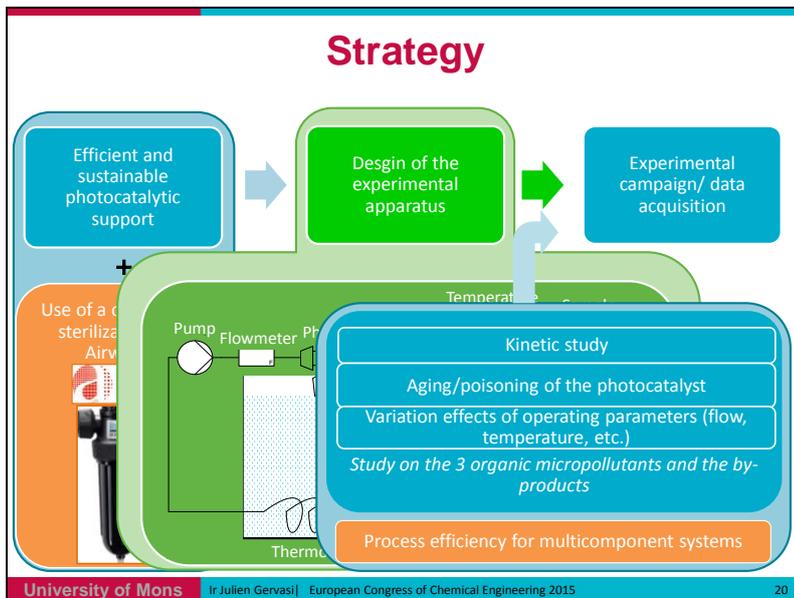
Diapositive

19



Diapositive

20



Diapositive

21

Thanks to:



Wallonie



SPW
Service public
de Wallonie

SPW for founding this work



certech



MateriaNova
MATERIALS R&D CENTRE



INISMa
member of EMRA



UMONS
Université de Mons

- Chemical and Biochemical Process Engineering Unit
- Human Biology and Toxicology Unit
- Materials Science Unit
- Metallurgy Unit

University of MonsIr Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 201521

Diapositive

22

Thank you for your attention!



Questions

University of MonsIr Julien Gervasi | European Congress of Chemical Engineering 201522