

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE ABOU BEKR BELKAID TLEMCCEN
FACULTE DE TECHNOLOGIE

Département de Génie Eléctrique et Electronique
Mémoire pour l'obtention du
Diplôme de Doctorat en Automatique
Option Contrôle de Processus

Titre :

Contribution à la modélisation et au contrôle des systèmes de digestion anaérobie

présenté par

Zeyneb KHEDIM

Soutenue le 06 Novembre 2018 devant le jury :

Président	Mr Karim YADI	Professeur à l'université de Tlemcen
Directeur de thèse	Mr Boumediène BENYAHIA	Maître de conférences à l'université de Tlemcen
Co-Directeur de thèse	Mr Jérôme HARMAND	Directeur de recherche à l'INRA, France
Examineur	Mr Salim LABIOD	Professeur à l'université de Jijel
Examineur	Mme Amel CHOUKCHOU BRAHAM	Maître de conférence à l'université de Tlemcen
Invité	Mr Tewfik SARI	Professeur, directeur de recherche à IRSTEA, Montpellier
Invité	Mr Brahim CHERKI	Professeur à l'université de Tlemcen

*A la mémoire de ma grand mère
A mon mari et à ma chère fille...*

Remerciements

« En remontant dans le temps voire 10 ans auparavant, le jour où j'ai eu mon baccalauréat avec mention. Mon envie était grande pour m'inscrire à la faculté de médecine, seulement le cursus étant long, c'est la raison pour laquelle j'ai changé d'avis.

Hésitante entre les filières biologiques et mathématiques, je me suis inscrite, suite à la proposition d'un cousin dans la filière des "sciences et technologies", dont je n'étais pas très motivée.

Un jour, lors d'un cours de la première année tronc commun, une collègue m'a demandé que comptes-tu faire de tes études ? je lui ai répondu que je veux juste avoir ma licence et travailler. Là elle m'a dévoilé son rêve d'atteindre le doctorat (ou le "D" comme elle a dit). Sans réfléchir, je lui ai dit : 8 ans pour que tu sois docteur... moi je ne le ferai JAMAIS!!

Deux ans après, ce rêve a commencé à naître en moi aussi. Pendant un cours de la Licence sur les circuits intégrés, le responsable du module Mr Abdelhaq MOUSSAOUI, nous a présenté deux jeunes étudiants "Melle Wahida HANDOUZI", doctorante à l'université de Lorraine en automatique- traitement de signal et des images, et "Mr Bilal BOUALEM" doctorant à l'université de Tlemcen en automatique- robotique.

Tellement motivés et enthousiastes, ces doctorants m'ont propulsé dans mes pensées à écarter le facteur temps relatif aux études. Leur statut ne m'a pas empêché de réfléchir sérieusement au "D". Des pensées qui sont devenues un grand rêve en master, lorsque j'ai assisté à la soutenance de doctorat de mon "MODELE" qui est actuellement mon directeur de thèse.

Aujourd'hui, je ne me retrouve ni avec un "bac+7", ou un "bac+8" mais plutôt avec un "bac+10" où j'ai réussi de pallier cette phase délicate de "l'apprenti-chercheur" et je suis toujours disposée pour aller de l'avant ».

L'ensemble de ces travaux de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire d'Automatique de Tlemcen (LAT) et le Laboratoire de Biotechnologie et de l'Environnement (LBE), INRA de Narbonne, dont je remercie Mr Lotfi BAGHLI et Mr Nicolas BERNET, actuels directeurs des deux laboratoires et les membres des deux équipes, permanents et doctorants, pour l'accueil et l'amitié qu'ils m'ont témoigné tout au long de ces années de thèse.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude et ma sincère reconnaissance aux deux personnes qui ont pris soin de m'orienter pour prendre les bonnes directions, sans leur soutien rien n'aurait été réalisé.

Tout d'abord, je remercie mon MODELE, Mr Boumediène BENYAHIA, maître de conférence à l'université de Tlemcen : merci pour vos précieux conseils, votre esprit ouvert et vos encouragements qui n'ont pas cessé de me motiver davantage lors de mes périodes de doute. J'ai appris pas mal de choses de votre compétence, sans votre aide je ne pourrais jamais mener à bien un tel travail d'une telle qualité.

Je remercie plus particulièrement Mr Jérôme HARMAND, directeur de recherche au LBE, INRA de Narbonne. J'étais fortement marquée par vos qualités humaines, pédagogiques et scientifiques : merci pour votre sympathie, votre disponibilité et votre serviabilité permanente pendant de nombreuses périodes d'angoisse à Narbonne. Je vous suis également reconnaissante pour le temps que vous m'avez consacré et vos idées fructueuses qui m'ont beaucoup illuminée. La confiance et le soutien que vous m'avez accordé tout au long de ce travail m'ont été des précur-

seurs pour comprendre et aimer le domaine de la “recherche” et mener à point mes travaux de thèse.

Toutefois et dans le même sillage, je tiens à exprimer ma reconnaissance à trois GRANDS messieurs :

- Mr Tewfik SARI, directeur de l'UMR Itap Montpellier, je vous remercie pour votre claire voyance et vos propositions judicieuses qui m'ont beaucoup appris. Votre savoir illimité pourvu avec une précision abondante m'a été très utile pour m'évaluer et m'améliorer. Aussi, vos conseils avisés constructifs ont été une grande ressource du développement de mon travail scientifique. C'était un grand plaisir pour moi de vous côtoyer dans ma thèse. Je vous suis infiniment grée d'avoir accepté notre invitation.

- Mr Brahim CHERKI, ancien directeur du LAT et professeur à l'université de Tlemcen, je vous remercie pour votre confiance, pour le temps que vous m'avez alloué malgré vos nombreuses charges, également pour l'opportunité que vous m'avez offerte d'explorer et de bénéficier des compétences étrangères. Quand j'étais étudiante en master vous étiez toujours l'exemple du bon enseignant. Autant que votre rigueur et votre professionnalisme, vous êtes maintenant pour moi le précurseur pour qui je dois tout le respect. Merci encore d'être parmi nous aujourd'hui.

- Mr Jean-Philippe STEYER, ancien directeur du LBE et directeur de recherche au LBE, INRA de Narbonne, je vous remercie pour vos conseils et votre modestie qui est une originalité de votre grande personnalité. Votre savoir-faire et vos suggestions pointues m'ont permis de comprendre l'aspect pratique de mon sujet de thèse et d'affranchir les ambiguïtés que j'ai dû rencontrer.

J'exprime toute ma gratitude à Mr Karim YADI, professeur à l'université de Tlemcen pour l'honneur qu'il m'a fait de présider le jury. Merci à Mr Salim LABIOD, professeur à l'université de Jijel pour l'honneur qu'il m'a fait en participant à ce jury. Je remercie, également, Mme Amel CHOUKCHOU BRAHAM, maître de conférence à l'université de Tlemcen d'avoir accepté d'examiner ce travail. Que vous soyez assurés de mon sincère respect et de ma profonde gratitude.

Le lien entre l'aspect pratique et théorique de ma thèse a représenté lors de mes débuts une difficulté majeure, et c'est avec gratitude que je salue Melle Julie Jimenez, chargée de recherche au LBE, INRA de Narbonne, Mr Angel ROBLES, ancien post-doctorant au LBE, INRA de Narbonne et Melle Clémence PAGES, ingénieur au LBE, INRA de Narbonne. Je les remercie pour leur clarifications et explications et le temps qu'ils m'ont accordé.

Dans ce cadre, je remercie, également, Mr Jordan SEIRA, post-doctorant au LBE, INRA de Narbonne, sans qui la partie expérimentale de ma thèse n'aurait pas pu aboutir.

Les travaux de cette thèse ont bénéficié du soutien financier du Projet Hubert Curien Tassili 15MDU949 et du réseau de recherche Euroméditerranéen TREASURE (cf. [http :\\ www.inra.fr/treasure](http://www.inra.fr/treasure)) dont je remercie vivement.

Aussi, il est de mon devoir d'accorder une vive pensée et remercier Mme Sylvie FARINE, gestionnaire d'unité au LBE, INRA de Narbonne, Melle Virginie ROSSARD, assistante en ingénierie logicielle au LBE, INRA de Narbonne, Nadine LE THINH, gestionnaire au LBE, INRA de Narbonne, et Mr Sidi mohammed MELIANI, chef du département de GEE. J'oublierai jamais votre serviabilité infinie qui m'a vraiment touchée.

Au cours de cette thèse, j'ai connu de nombreuses personnes qui me sont devenues très chères. Merci à Maha HMISSI, Nesrine BEN YAHMED, Mokhles KOUAS, Nesrine KALBOUSSI, Dja-

mila BOUBEKEUR, Amel GHOUALI, Rym AFFES, Mourad LOUCIF, Amine EZZARIAI pour le soutien dont vous avez fait preuve tout au long de cette thèse.

Merci également à Philippe SOUSBIE, Michel TORRIJOS, Diana GARCIA-BERNET, Eric LATRILLE et Danielle PIERRET pour leur gentillesse.

J'adresse, également, une pensée amicale à Mohammed ALI WAHEB, Souad TAHRAOUI, Mohamed HORCH, Hichem ZATLA, Yessmine DAOUD, Mariem JEDDI, Izabel KRONENBERG, Javiera TOLEDO, Diane PLOUCHART, Marie-lou HILLION, Hélène THOMAS, Wendy LA-PERRIERE. Merci !

Je n'aurai pas de mots assez parlants pour exprimer ma profonde reconnaissance aux familles CHARNI et HARMAND. En absence de ma famille, vous m'étiez avec votre gentillesse et votre chaleureux accueil, une seconde famille pendant mes séjours à Narbonne. Merci d'être là!!

Tourner la page sur un chapitre de cinq ans n'est pas si évident. J'éprouve toute ma reconnaissance pour ma famille qui m'a soutenue sans faille dans tous mes projets et qui ont accepté mes choix sans pour autant toujours forcément les comprendre. A mon père qui m'a toujours encouragé, à ma mère dont les mots ne suffissent pas pour la remercier, à mes frangines et mon frangin qui ont su me remotiver pendant les périodes difficiles, à mon bien aimé cher grand père ... Merci infiniment d'avoir fait de moi ce que je suis aujourd'hui.

Mes remerciements vont également à ma belle famille pour leur soutien et leur multiples encouragements répétés.

Finalement, les mots les plus simples étant les plus forts, une mention spéciale à mon époux Nadir BENSID et ma petite fille Nihed qui a l'âge de ma thèse!

Vous étiez "des régulateurs"... Oh combien précieux et performants pour me remettre en régime stable lors de mes nombreuses angoisses. Ainsi, votre patience, votre affection et votre optimisme m'ont été indispensables pour me remonter le moral et pour tenir le coup de terminer ma recherche jusqu'au bout... Que puis-je vous dire? je vous aime énormément!!

Résumé :

Cette thèse porte sur l'étude des procédés de Digestion Anaérobie (DA) des substrats complexes pour la modélisation et le contrôle, notamment en présence d'un risque élevé de toxicité par l'azote.

Dans une première partie, nous proposons une analyse mathématique d'un modèle simple de DA des Microalgues - riches en protéines -, baptisé MAD [117]. Sur la base du calcul des équilibres et de leur nature, nous expliquons comment les paramètres de contrôle (la charge organique, le taux de dilution et le pH) agissent sur les performances du procédé ainsi que sur la toxicité de l'ammoniaque. Nous déduisons alors les conditions idéales de fonctionnement permettant de maximiser le rendement du digesteur en biogaz.

Comme les propriétés qualitatives des modèles complexes type ADM1 sont difficiles à appréhender, nous analysons, dans une seconde partie, le comportement qualitatif du modèle ADM1m [118] de la DA des microalgues à partir de celui du modèle MAD. Par la suite, nous procédons à la réduction du modèle ADM1m. En utilisant la méthode dite "d'association de variables d'états", nous déduisons un modèle réduit MAD*. Alors que cette méthode de réduction de modèle n'a jamais été validée expérimentalement, le modèle obtenu a été validé automatiquement par la méthode et confronté à des données expérimentales. Nous montrons que ce nouveau modèle (MAD*) est approprié pour synthétiser des lois de commande stabilisantes des digesteurs anaérobies. Nous démontrons qu'il peut aussi bien servir de base à un observateur pour estimer les états non mesurables du système.

La co-digestion apparaît être la meilleure solution à adopter pour pallier les risques d'inhibitions de ces bioprocédés. Toutefois, le besoin des modèles de co-digestion de tels substrats complexes nous a amené, dans une troisième partie, à proposer une approche pour adapter le modèle MAD à la co-digestion des microalgues et des boues activées. En utilisant des données issues d'un réacteur pilote, le modèle proposé a été validé expérimentalement pour différentes proportions de co-substrats. Ce dernier donne un aperçu sur les dynamiques internes des procédés de co-digestion, une tâche difficile à aborder à l'échelle du laboratoire.

Mots clés : Microalgue, Digestion Anaérobie, Substrats riches en protéines, Modèle MAD, Modèle ADM1m, Co-digestion, Azote, Toxicité, Stabilité, Diagramme Opérateur, Réduction, Contrôleur, Boues activées.

Abstract :

This thesis deals with the study of Anaerobic Digestion (AD) processes of complex substrates for modeling and control purposes, especially in the presence of a high risk of nitrogen toxicity.

In the first part, we propose a mathematical analysis of a simple AD model of Microalgae - rich in proteins - called MAD [117]. On the basis of the equilibria calculation and their nature, we explain how the control parameters (organic load, dilution rate and pH) affect the performance of the process as well as the toxicity of ammonia. We then deduce the ideal operating conditions to maximize the biogas production of the digester.

Since the qualitative properties of the complex ADM1-like models are difficult to apprehend, we analyze, in a second part, the qualitative behavior of the ADM1m model [118] of the microalgae AD from that of the MAD model. Subsequently, we proceed to the reduction of the model ADM1m. Using the so-called “state-association” method, we deduce a reduced model MAD*. While this model reduction method has never been validated experimentally, the model obtained was validated automatically by the method and confronted with experimental data. We show that this new model (MAD*) is suitable for synthesizing stabilizing control laws of anaerobic digesters. We demonstrate that it can serve as a basis for an observer to estimate the unmeasured states of the process.

The co-digestion appears to be the best solution to adopt to mitigate the risks of inhibitions of these bioprocesses. However, the need for co-digestion models of such complex substrates led us, in a third part, to propose an approach to adapt the MAD model to the co-digestion of microalgae and activated sludge. Using data from a pilot reactor, the proposed model was experimentally validated for different proportions of co-substrates. The latter provides insight into the internal dynamics of co-digestion processes, a difficult task to address at the laboratory scale.

Key words : Microalgae, Anaerobic Digestion, Protein-rich substrates, MAD model, ADM1m model, Co-digestion, Nitrogen, Toxicity, Stability, Operating Diagram, Reduction, Controller, Activated Sludge.

Publications et communications scientifiques liées à la thèse

Publications

Z. Khedim, B. Benyahia, B. Cherki, T. Sari and J. Harmand. *Effect of control parameters on biogas production during the anaerobic digestion of protein-rich substrates*. Journal of Applied Mathematical Modelling, 61 :351-376, 2018.

Communication dans les conférences

Z. Khedim, S. Hassam, B. Benyahia and J. Harmand. *Anaerobic digestion models for control purposes : a short survey*. In 14th World Congress on Anaerobic Digestion (AD14), Viña del Mar, Chile, 2015.

Z. Khedim, B. Benyahia, F. Mairet, J.P. Steyer and J. Harmand. *Reduction of a complex biotechnological process model using state-variable association method-Application to the anaerobic digestion of micro-algae*. In International Conference on Control, Automation and Diagnosis 2017 (ICCAD'17), Hammamet, Tunisia, 2017.

Z. Khedim, B. Benyahia and J. Harmand. *Contribution of Modeling in the Understanding of the Anaerobic Digestion : Application to the Digestion of Protein-Rich Substrates*. Poster In : Mannina G. (eds) *Frontiers in Wastewater Treatment and Modelling (FICWTM)*, Palerm, Italy, 2017. Lecture Notes in Civil Engineering, vol 4. Springer, Cham.

Z. Khedim, B. Benyahia, B. Cherki, J.P. Steyer and J. Harmand. *Feedback linearisation control of the Anaerobic Digestion plants : towards the enhancement of biogas production*. In International Conference on Control, Automation and Diagnosis 2018 (ICCAD'18), Marrakech, Morocco, 2018.

Table des matières

Introduction générale	1
1 Synthèse bibliographique	7
1.1 Introduction	8
1.2 Digestion anaérobie des substrats à forte teneur en protéines	8
1.2.1 La mono fermentation en question	9
1.2.2 Problématique de l'azote	10
1.3 Les microalgues : source de protéines	11
1.3.1 Composition et valorisation des microalgues	11
1.3.2 Digestion et co-digestion anaérobie des microalgues	12
1.4 Sur la modélisation et le contrôle de la DA	13
1.5 Conclusion	17
2 Analyse mathématique du modèle MAD	19
2.1 Introduction	20
2.2 Le modèle MAD 'Microalgae Anaerobic Digestion' model	20
2.2.1 Description biologique	20
2.2.2 Equations mathématiques	21
2.3 Equilibres du modèle MAD	23
2.3.1 Existence des équilibres	24
2.3.2 Calcul des équilibres	27
2.4 Etude numérique du modèle en fonction des paramètres opératoires	29
2.4.1 Phénomènes de bifurcation	34
2.4.2 Rendement du biogaz	37
2.4.3 Influence du pH sur le modèle	39
2.4.4 Relation entre S_{in} , D et N_{in}	42
2.5 Sur la toxicité de l'azote	45
2.5.1 Rôle des paramètres opératoires	45
2.5.2 Seuil d'inhibition par l'ammoniaque	47
2.6 Limitation du modèle MAD	48
2.7 Conclusion	49

3	Réduction et contrôle d'un modèle complexe de DA des microalgues	51
3.1	Introduction	52
3.2	Le modèle ADM1m	52
3.3	Propriétés du modèle ADM1m	53
3.4	Réduction du modèle ADM1m	54
3.4.1	Aperçu sur les approches de réduction des modèles	54
3.4.2	Réduction du modèle ADM1m par la méthode d'association de variables : Equivalence MAD-ADM1m	55
3.4.3	Identification des paramètres cinétiques du modèle réduit	59
3.4.4	Validation expérimentale de la méthode	61
3.5	Contrôle du modèle ADM1m en utilisant le modèle réduit	63
3.5.1	Synthèse de la loi de commande	63
3.5.2	Test du contrôleur sur le système ADM1m	67
3.5.3	Étude de robustesse	70
3.6	Conclusion	73
4	Application du modèle MAD à la co-digestion anaérobie des boues activées et des microalgues	75
4.1	Introduction	76
4.2	Mini état de l'art sur les modèles de digestion des boues	77
4.3	Pilote expérimental	78
4.4	Adaptation du modèle MAD à la co-DA Boues/microalgues	82
4.4.1	Planification expérimentale pour le modèle MAD	82
4.4.2	Analyse de sensibilité du modèle	83
4.4.3	Estimation des coefficients de fractionnement	86
4.5	Résultats & discussion	87
4.5.1	Données expérimentales - Prédiction MAD	87
4.5.2	Données expérimentales - Prédiction ADM1m	90
4.5.3	ADM1m vs MAD	93
4.6	Conclusion	94
	Conclusion générale	97
	Annexes	99
A	Calcul analytique de la nature des équilibres (cf. section 2.4)	101
B	Algorithme d'obtention du Diagramme opératoire	109

Table des figures

1	Production du biogaz dans le monde et la tendance à 2022 dans différentes régions du monde [146]	3
2	Etapes de la Digestion Anaérobie [115]	4
1.1	Composition des microalgues [73]	12
1.2	Processus de conversion physico-chimiques et biochimiques considérés par le modèle ADM1 [49].	15
2.1	Les réactions prises en compte dans le modèle MAD [117].	23
2.2	La structure du système.	25
2.3	Les cas possibles de la position des fonctions : $f(S_3)$ (lignes bleues) et $g(S_3)$ (lignes rouges), a) Deux intersections, b) Une intersection, c) Aucune intersection.	26
2.4	Positions possibles de S_{3in}^* par rapport à S_3^{*1} et S_3^{*2}	26
2.5	Diagramme résumant les équilibres du système (2.4)-(2.10). Le système admet au plus 10 points d'équilibre, voir Proposition 2.1.	29
2.6	Diagramme opératoire montrant le comportement des équilibres selon D et S_{in} à $pH = 7$, $N_{in} = 0.011M$. La zone \mathcal{J}_6 est très petite car elle n'apparaît que pour des valeurs minimales de S_{in}	32
2.7	Les composants des équilibres en fonction de la variations de D à $pH = 7$, $S_{in} = 28.5 gDCO.L^{-1}$ et $N_{in} = 0.011M$	34
2.8	Les composants des points d'équilibre en fonction de S_{in} à $pH = 7$, $D = 0.0301j^{-1}$ et $N_{in} = 0.011M$	36
2.9	Les composants des points d'équilibre en fonction des variations de S_{in} à $pH = 7$, $D = 0.101j^{-1}$ et $N_{in} = 0.011M$	36
2.10	Le débit de biogaz en fonction des changements de D et S_{in} à $pH = 7$, $N_{in} = 0.011M$	38
2.11	Diagramme opératoire - comportement des équilibres selon D et S_{in} à $pH = 6.5$, $N_{in} = 0.011M$. La zone \mathcal{J}_6 est très petite n'apparaissant que pour des valeurs très faibles de S_{in}	40
2.12	Diagramme opératoire - comportement des équilibres selon D et S_{in} à $pH = 7.5$, $N_{in} = 0.011M$. La zone \mathcal{J}_6 est très petite n'apparaissant que pour des valeurs très faibles de S_{in}	41
2.13	Taux de croissance des méthanogènes	42
2.14	Relation entre deux paramètres de bifurcation N_{in} et S_{in} avec $D = 0.05j^{-1}$	43

2.15	Diagramme opératoire décrivant le comportement des équilibres selon D et N_{in} à $pH = 7$, $S_{in} = 6 \text{ gDCO.L}^{-1}$. La zone \mathcal{J}_{10} est très petite car n'apparaissant que pour des valeurs très faibles de N_{in} .	44
2.16	Variation de la concentration de FAN en fonction des changements de D et N_{in} à $pH = 7$, $S_{in} = 6 \text{ gDCO.L}^{-1}$	47
2.17	Diagramme opératoire montrant le comportement des équilibres en fonction des changements de D et S_{in} à $pH = 6.5$, $N_{in} = 0.011M$, $K_{I3} = 0.1\text{gDCO.L}^{-1}$. La zone \mathcal{J}_6 est très petite car n'apparaissant que pour des valeurs très faibles de S_{in} .	49
3.1	Principe de la méthode d'association de variables [84]	55
3.2	Prédiction des concentrations dynamiques des substrats et des bactéries en utilisant la méthode d'association de variables d'états : modèle MAD (rouge), variables associées du modèle ADM1m (bleu).	57
3.3	Prédiction des dynamiques du carbone, de l'azote, de l'alcalinité, des inertes particulaires et des pressions par la méthode d'association de variables d'états : modèle MAD (rouge), variables associées du modèle ADM1m (bleu).	57
3.4	Données expérimentales de D et de S_{in} utilisées dans le calage [117]	62
3.5	Données expérimentales (points noirs), modèle MAD^* (rouge), variables associées du modèle ADM1m (bleu).	62
3.6	Structure du contrôle du modèle ADM1m.	65
3.7	Rendement en biogaz du modèle MAD^* en fonction de D et S_{in}	66
3.8	Schéma SIMULINK de la linéarisation par retour d'état estimé.	67
3.9	La simulation de la commande $D(t)$ et de la sortie $q_{gaz}(t)$ en fonction de deux valeurs différentes de λ .	68
3.10	Effet des valeurs élevées de λ sur la commande $D(t)$ et la sortie $q_{gaz}(t)$	69
3.11	Allures des erreurs ϵ_1 , ϵ_2 et ϵ_3 (test de la supposition).	70
3.12	Influence de l'erreur du modèle de $\pm 20\%$ sur la valeur du paramètre k_{mac}	71
3.13	Influence de l'erreur du modèle de $\pm 20\%$ sur la valeur du paramètre k_{Sac}	72
3.14	La commande $D(t)$ et la sortie en biogaz $q_{gaz}(t)$ en présence d'incertitude sur $\beta_1 S_{in}$, $\beta_2 S_{in}$ et $\beta_I S_{in}$	73
4.1	Photo du dispositif expérimental : deux réacteurs pilotes (R1, R2) sont en fonctionnement	79
4.2	Caractéristiques du dispositif expérimental.	79
4.3	Représentation schématiques des proportions des co-substrats appliquées dans les expériences.	80
4.4	Le taux de dilution et le substrat appliqués au réacteur R1. Traits rouges continus : changement du rapport d'alimentation Boues Activées/Microalgues.	81
4.5	Le taux de dilution et le substrat appliqués au réacteur R2. Traits rouges continus : changement du rapport d'alimentation Boues Activées/Microalgues. Traits rouges pointillés : changement de la charge organique et/ou du taux de dilution	81
4.6	Données expérimentales de R1 (points rouges), sorties du modèle MAD avec les coefficients de fractionnement nominaux (vert) et adaptés (bleu).	88

4.7	Données expérimentales de R2 (points rouges), sorties du modèle MAD avec les coefficients de fractionnement nominaux (vert) et adaptés (bleu).	88
4.8	Données expérimentales de R1 (points rouges), modèle ADM1m avec coefficients de fractionnement nominaux (vert), modèle ADM1m avec coefficients de fractionnement adaptés (bleu).	92
4.9	Données expérimentales du réacteur R2 (points rouges), modèle ADM1m avec coefficients de fractionnement nominaux (vert), modèle ADM1m avec coefficients de fractionnement adaptés (bleu).	92
4.10	Données expérimentales de R1 (points rouges), modèle MAD avec coefficients de fractionnement adaptés (bleu), modèle ADM1m (noir).	93
4.11	Données expérimentales de R2 (points rouges), modèle MAD avec coefficients de fractionnement adaptés (bleu), modèle ADM1m (noir).	94

Liste des tableaux

2.1	Les cas possibles pour le calcul des équilibres.	27
2.2	Valeurs nominales des paramètres proposées dans Mairet <i>et coll.</i> [117].	31
2.3	Existence et nature des équilibres en fonction de S_{in} et D à $pH = 7$: Instable (I), Stable (S), Instable ou n'existe pas (X), l'équilibre n'existe pas (aucun signe).	32
2.4	Existence et stabilité des équilibres à $pH = 6.5$, $N_{in} = 0.011M$: Instable (I), Stable (S), Instable ou n'existe pas (X), l'équilibre n'existe pas (aucun signe).	40
2.5	Existence et stabilité des équilibres à $pH = 7.5$: Instable (I), Stable (S), Instable ou n'existe pas (X), l'équilibre n'existe pas (aucun signe).	41
2.6	Zones possibles lorsque N_{in} and S_{in} varient à $pH = 7$, $D = 0.05 j^{-1}$: Instable (I), Stable (S), Instable ou n'existe pas (X), l'équilibre n'existe pas (aucun signe).	43
2.7	Existence et nature des équilibres en fonction de S_{in} et N_{in} à $pH = 7$, $S_{in} = 6 gDCO.L^{-1}$: Instable (I), Stable (S), Instable ou n'existe pas (X), l'équilibre n'existe pas (aucun signe).	45
2.8	Existence et nature des équilibres selon S_{in} et D à $pH = 6.5$, $N_{in} = 0.011M$, $K_{I3} = 0.1$: Instable (I), stable (S), Instable ou n'existe pas (X), équilibre n'existe pas (aucun signe).	49
3.1	Dynamiques d'hydrolyse dans ADM1m [118].	53
3.2	Equivalence des variables d'état des modèles ADM1m et MAD	56
3.3	Valeurs des équilibres des modèles ADM1m et MAD dans chaque zone	58
3.4	Equilibres du modèle ADM1m aux différents Temps de Séjour Hydraulique (TSH)	60
3.5	Paramètres optimisés du modèle MAD*	61
4.1	Caractéristiques de l'influent du réacteur R1	83
4.2	Caractéristiques de l'influent du réacteur R2	83
4.3	Analyse de la sensibilité normalisée	84
4.4	Classement des paramètres par ordre d'importance par le calcul de la sensibilité quadratique moyenne, δ_j^{msqr-} : sensibilité calculée pour $(p_i - 20\%p_i)$, δ_j^{msqr+} : sensibilité calculée pour $(p_i + 20\%p_i)$	85
4.5	Caractérisation du substrat d'alimentation de MAD : Fi ($i = 1, 2, 3, 4$) cycles d'alimentation du réacteur R1, Si ($i = 1, 2, 3, 4$) cycles d'alimentation du réacteur R2	87
4.6	Caractérisation du substrat d'alimentation de ADM1m : Fi ($i = 1, 2, 3, 4$) cycles d'alimentation du réacteur R1, Si ($i = 1, 2, 3, 4$) cycles d'alimentation du réacteur R2	91

A1	Etude analytique de la stabilité des équilibres du modèle MAD	108
----	---	-----

Introduction générale

L'eau : au cœur des enjeux de demain

Bien que les 7 milliards d'individus que compte la terre aujourd'hui paraissent imprégnés par une culture de respect de l'eau, la facture de la consommation de cette source vitale s'alourdit jour après jour déclenchant un stress hydrique qui touche désormais la plupart des régions du monde.

L'Algérie, avec ses 41 millions d'habitants, se heurte à cette crise. Au rythme de la consommation actuelle, les scientifiques estiment que l'Algérie enregistrera une insuffisance en eau de l'ordre de 1 milliard de m^3 d'ici l'an 2025 [145] : une pénurie liée à la révolution socio-économique sans précédent que connaît le pays et qui est principalement due, selon le FAO (Food and Agricultural Organization of the United Nations), à l'irrigation pour l'agriculture (70% des prélèvements) devant l'industrie (19%) et les usages domestiques (11%) [25].

Cette sur-consommation génère de la pollution : des rejets en eaux usées et en boues émanants des usines ou des raffineries ont un impact écologique important portant atteinte à la santé humaine et animale. En l'absence d'une politique environnementale efficace, cette pollution, aggravée par un manque de prise de conscience des autorités et des citoyens, cause la contamination des sols, des airs, des nappes phréatiques, des plages et des fonds marins. Cette situation n'est plus un secret, nos territoires s'étouffent sous nos emballages et s'empoisonnent "à petits feux".

Les statistiques disponibles indiquent que près de 23 millions de tonnes de déchets sont produits à l'échelle nationale en 2016, dont 11.5 millions de tonnes de déchets ménagers, 11 millions de tonnes de déchets inertes et 0.4 million de tonnes de déchets spéciaux [132]. Incinérés dans des décharges à ciel ouvert ou déversés directement dans la nature, ces déchets finissent par atteindre les eaux superficielles ou sous-terraines : une pollution silencieuse dont les répercussions ne sont visibles qu'après bien des années.

Les effluents industriels et urbains, l'utilisation abusive des pesticides en agriculture, le transport inadéquat et la mauvaise gestion du stockage de l'eau non assainies sont aussi, à quelques nuances près, responsables de la pollution des systèmes aquatiques du littoral algérien, souillé le plus souvent par la présence de quantités d'ammonium hors normes (préconisées par l'Organisation Mondiale de la Santé) dérivées de l'azote de la matière végétale ou de matières organiques animales ou humaines [55]. Une trop grande quantité d'azote déversée à un rythme accéléré risque de perturber l'équilibre des écosystèmes côtiers et marins : une vérité amère à laquelle on doit s'opposer le plus rapidement possible.

A cet égard, les recherches actuelles visent le développement de nouvelles stratégies de gestion et de traitement des déchets et de modèles de consommation raisonnables permettant d'apporter des solutions à cette situation alarmante dans un environnement où l'eau douce de bonne qualité, dont la demande est en hausse, devrait être réservée à la consommation humaine [58].

Au moment où la gestion des eaux doit devenir une priorité politique du pays, des questions clés se posent à propos de la possibilité de recycler l'eau, traiter les effluents polluants (liquides et solides) en vue de réduire leur toxicité et la pollution environnementale, voire de les valoriser pour produire de l'énergie dite "verte". Vu sous cet angle, plusieurs travaux prouvent que ces déchets peuvent être valorisés : un traitement aérobie ou anaérobie donne à ces déchets un statut de ressource potentiellement précieuse pour alimenter le secteur de l'agriculture en limitant le recours aux eaux dites "conventionnelles" de bonne qualité [10].

Pour ce faire, la digestion anaérobie est un candidat très intéressant permettant de produire de l'énergie à partir de déchets liquides ou solides. Comme dans de nombreux pays où elle a fait ses preuves, la digestion anaérobie pourrait être une solution pour contribuer l'Algérie à diminuer sa dépendance vis-à-vis des énergies fossiles non renouvelables.

Digestion Anaérobie : vers la production d'une énergie renouvelable

La Digestion Anaérobie (DA) est un processus biologique naturel qui permet de transformer la matière fermentescible, en absence d'oxygène, en biogaz contenant principalement du méthane. Le processus de la DA se produit dans les lacs et les rizières, dans les sols des zones humides ainsi que dans les systèmes digestifs des animaux ...

La DA fut découverte par Volta, en 1776 et elle est utilisée couramment aujourd'hui pour le traitement des eaux usées (matière organique polluante) par des bactéries anaérobies. Cette technique a un fort potentiel pour la dépollution et elle permet de produire du biogaz et des matières fertilisantes potentiellement utilisables comme engrais dans le domaine agricole. Le biogaz peut contenir jusqu'à 70% du méthane (CH_4) pouvant servir à produire de la chaleur, à générer de l'électricité et ainsi contribuer à limiter l'utilisation d'énergies fossiles.

Le premier "digesteur" a été construit en 1859 dans une colonie de lépreux à Bombay, en Inde [136]. Quelques années après, en 1881, une seconde expérience est apparue en France : leur but était de réaliser un digesteur anaérobie pour traiter les eaux usées [13]. Cela fut reproduit également en Angleterre en 1895. Testé en 1897, le bioréacteur anaérobie ainsi fabriqué a prouvé ses performances pour le traitement des eaux usées de la ville d'Exter.

Pour plus d'efficacité, la conception de nouveaux types de bioréacteurs a été envisagée. L'objectif commun consiste en l'adaptation du design, initialement conforme aux exigences/restrictions de la réglementation du contrôle de la pollution, aux conditions du fonctionnement exigées par le type d'installations et l'origine des effluents à traiter ...

Sur la base des recherches plus poussées, la Chine est le premier pays qui a adopté cette technologie pour produire du biogaz. Juste après, le Népal, le Vietnam, le Bangladesh et Sri Lanka l'ont adopté. Depuis, des bioréacteurs ont été installés partout dans le monde, [26, 69, 54] : en

France (1952), en Allemagne (1945), en Egypte, au Brésil, au Mexique ...

La technologie des digesteurs anaérobies s'est répandue dans toute l'Europe, l'Amérique et le Canada à partir des années 70 [13]. Actuellement, les installations de digestion anaérobie sont largement utilisées à petite, à moyenne et à grande échelles dans les pays industrialisés pour produire du biogaz (figure 1). L'Europe est en tête des pays biométhaniseurs, grâce au nombre important des installations de DA, notamment dans les fermes. L'un des leaders mondiaux est OWS (Organic Waste Systems) qui a été fondée en 1988 et Dominion & Grimm Environnement inc. créé par la compagnie Allemande LIPP.

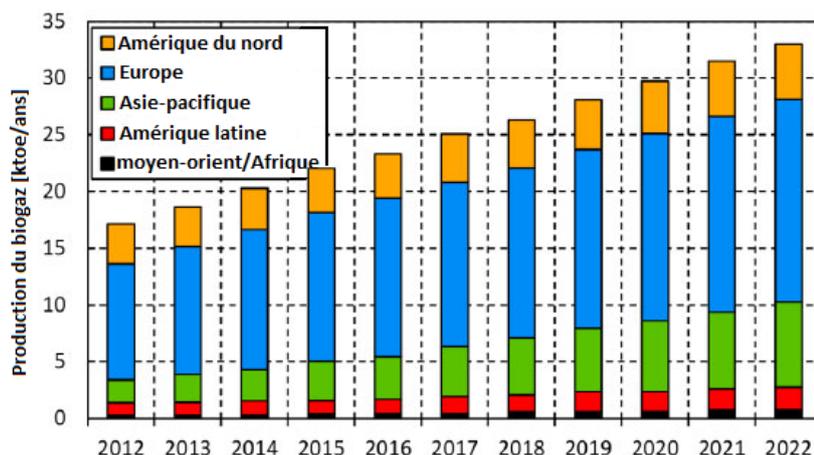


FIGURE 1 – Production du biogaz dans le monde et la tendance à 2022 dans différentes régions du monde [146]

A l'échelle nationale, la technologie anaérobie est peu répandue. Selon l'Office National de l'Assainissement (ONA), la plupart des stations d'épuration des eaux (STEP) sont basées sur le traitement aérobie : le nombre des STEP est passé de 14 en 2003 à 75 en 2011 avec un volume d'eau épurée d'environ 115.58 millions de m^3 . En 2013, l'Algérie comptait 150 STEP dont deux seulement étaient équipées de digesteurs anaérobies pour la valorisation énergétique des boues par production de biogaz [17]. La production mensuelle moyenne des boues par station est de 650 tonnes de matière sèche alors que celle du biogaz est d'environ 216 000 Nm^3 [17].

D'après des études du CDER (Centre de Développement des Energies Renouvelables), la quantité de ces produits biobasés augmente avec la diversité des matières organiques à traiter (DMA : Déchets Ménagers et Assimilés, déchets agricoles, déchets d'élevage, biodéchets issus des industries agroalimentaires et des STEP) pour atteindre 1009.76 millions de m^3 de biogaz par an, l'équivalent de 2032.6 Gwh d'électricité [35]. Il s'agit d'un chiffre encourageant pour développer cette technologie dans le pays surtout si l'on prend en considération l'évolution de la quantité de DMA (17 millions de tonnes) estimées en 2030 [35].

Problèmes majeurs de la Digestion Anaérobie

A l'échelle microbiologique la DA comprend quatre étapes fondamentales : l'hydrolyse, l'acidogénèse, l'acétogénèse et la méthanogénèse (figure 2). Dans chaque étape, un écosystème de

bactéries fermentatives se sert des éléments nutritifs présents dans le milieu de digestion pour assurer ses fonctions métaboliques.

Ces métabolismes sont régis par deux ensembles de processus : biochimiques et physico-chimiques. Les premiers processus dégagent, via des réactions chimiques, l'énergie suffisante pour la croissance cellulaire. Les seconds régulent le pH du milieu via la solubilisation/gazéification des molécules (changement des phases gaz/liquide) et/ou la stabilisation de l'équilibre des réactions acido-basiques. Par ailleurs, les interactions des métabolites résultantes de ce processus de la digestion donnent naissance à des couples acido-basiques, ainsi qu'à des transformations physico-chimiques, en particulier, pour les acides, le dioxyde du carbone (CO_2) et les acides aminés, source de l'azote. Selon le pH du milieu, les couples acido-basiques dominants sont : le couple Ammoniacque/Ammonium lorsque le pH est basique, le couple bicarbonate/dioxyde de carbone à pH neutre et le couple $AGVH/AGV^-$ (Acides Gras Volatiles) à pH acide. Ces couples pilotent le pouvoir tampon du milieu de digestion et favorisent le maintien de la stabilité du digesteur, en particulier à pH neutre (solubilisation potentielle du gaz CO_2).

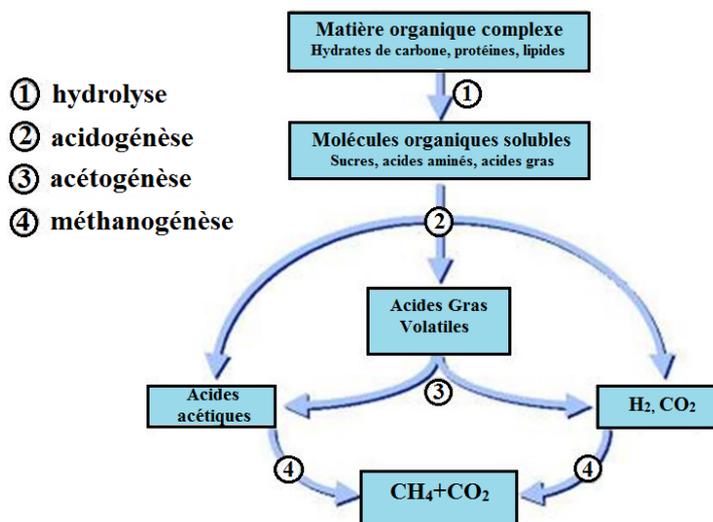


FIGURE 2 – Etapes de la Digestion Anaérobie [115]

Cependant, l'inter-dépendance des microorganismes du milieu de digestion et leurs différents besoins révèlent un potentiel risque d'inhibition. Les inhibitions ont lieu en présence de conditions défavorables de fonctionnement et/ou lors de l'accumulation de substances ralentissant la croissance pouvant mener à la mortalité des bactéries. L'insuffisance de nutriments, la présence des bactéries compétitives, les surcharges organiques et hydrauliques, la variation de la température et du pH ... constituent des facteurs déstabilisants des bioprocédés anaérobies.

Le pH agit sur le taux de conversion des composants du couple prédominant : il favorise la formation des ions et/ou de la forme libre des tampons. Cela peut conduire à des inhibitions causées par excès des formes libres d'AGVs ou d'azote. Une accumulation des AGVs induit une baisse du pH, tandis qu'une augmentation de la concentration d'azote le fait croître à des valeurs basiques, toxiques pour les microorganismes. De telles fluctuations du pH agissent fortement sur la croissance des bactéries méthanogènes notamment lors du traitement des substrats à fort pouvoir inhibiteur.

L'azote dérivé des effluents riches en protéines est le premier responsable du dysfonctionnement des procédés de DA, en particulier dans le cas d'une surcharge organique. Ainsi, la DA des substrats protéiques est au centre des interrogations actuelles. Sa complexité a été largement étudiée dans la littérature [18, 48, 164]. La plupart des travaux expérimentaux s'articulent autour de l'atténuation des risques d'inhibition et la maximisation du rendement énergétique de la digestion et de la co-digestion des substrats protéiques avec d'autres substrats. De telles études expérimentales, bien que très utiles, sont malheureusement insuffisantes pour comprendre parfaitement les dynamiques de conversion et prédire les éventuels risques encourus par les populations bactériennes. Il s'ensuit que les résultats obtenus manquent de généralité. C'est la raison pour laquelle nous ferons usage de la modélisation et de l'analyse mathématique des modèles que l'on peut utiliser. Une telle analyse est possible lorsque les modèles utilisés sont assez simples, notamment de faible dimension. Or, les modèles disponibles sont souvent complexes. Dans le cadre de cette thèse, nous dériverons des modèles simples à partir de modèles plus complexes qui ont l'avantage d'avoir été validés sur des données expérimentales.

Enjeux et plan de la thèse

L'objectif de cette thèse est d'étudier les procédés de traitement anaérobie des substrats complexes, notamment en présence d'un risque élevé de toxicité de l'azote, comme c'est le cas lors de la digestion des microalgues "riche en protéine". Deux filières de traitement sont envisagées. La première concerne la DA des microalgues ; le comportement qualitatif et quantitatif du processus est étudié et le contrôle d'un fermenteur réel est proposé. La seconde filière s'intéresse à la co-digestion d'effluents complexes avec des substrats carbonés.

L'étude de ces bioprocédés repose sur un modèle dynamique validé expérimentalement (le modèle MAD pour "Microalgae Anaerobic Digestion" [117]). Après avoir présenté la DA des substrats protéiques et les problèmes qui lui sont liés (chapitre 1), nous proposons, dans le chapitre 2, une analyse mathématique du modèle MAD visant à identifier le rôle des paramètres opératoires sur le comportement du procédé et à déterminer les conditions optimales du fonctionnement. Sur la base des diagrammes opératoires, nous expliquons comment les paramètres du contrôle (la charge organique, le taux de dilution et le pH) agissent sur les performances du digesteur ainsi que sur le degré de toxicité de l'ammoniaque. Nous déduisons ainsi les meilleures conditions de fonctionnement, c'est-à-dire celles permettant de maximiser le rendement du digesteur en biogaz.

Les modèles simples déduits des modèles complexes de digestion anaérobie sont assez fiables pour le contrôle de la fermentation. Nous proposons dans la première partie du chapitre 3 un modèle simple de la DA des microalgues à partir d'un modèle complexe type ADM1 (Anaerobic Digestion Model n°1 [118]) par l'utilisation d'une méthode de réduction par "Association des variables d'état" issue de la littérature [84]. Alors que la méthode originale n'a jamais été validée expérimentalement, le modèle obtenu, appelé MAD*, a été validé sur des données expérimentales d'un procédé de DA des microalgues.

L'optimisation du rendement énergétique en biogaz est l'attente majeure de la technologie des bioprocédés anaérobies. Nous développons (dans la deuxième partie du chapitre 3), à l'aide du

modèle réduit MAD*, une stratégie de commande pour maximiser le biogaz produit et suivre des consignes. Nous utilisons aussi le modèle MAD* comme observateur pour estimer les états non mesurables du procédé (système virtuel ADM1).

La co-digestion semble parfois être la meilleure solution à adopter pour pallier les risques de dysfonctionnement par excès d'azote. Cependant "co-digérer" demeure complexe et des travaux complémentaires sont nécessaires pour mieux comprendre la co-digestion. Cette question nous a amené, dans le quatrième chapitre, à proposer une approche pour adapter le modèle MAD à la co-digestion des microalgues et des boues activées. A l'aide de données réelles d'un réacteur pilote, le modèle proposé a été validé expérimentalement pour différentes proportions de co-substrats. Le modèle donne un aperçu sur les dynamiques internes des procédés de co-digestion, une tâche "défi" difficile à aborder à l'échelle du laboratoire.

Chapitre 1

Synthèse bibliographique

Guide de lecture :

Dans ce chapitre nous menons une étude bibliographique sur la DA des substrats protéiques. Après un bref aperçu des quelques travaux de la littérature qui lui ont été consacrés, nous présentons les microalgues en tant que substrat riche en protéines. Ensuite nous rapportons un état de l'art sur les modèles de DA tout en mettant l'accent sur certains aspects génériques usuellement liés à la conduite des fermenteurs.

1.1 Introduction

Les bioprocédés de Digestion Anaérobie (DA) offrent la possibilité de traiter les effluents solides, mais, selon le type de déchets, des problèmes d'inhibition peuvent survenir. Ainsi, les déchets de cuisine, les sous-produits des abattoirs (volailles, viande, etc.), les résidus de laiterie, aussi bien que les microalgues sont susceptibles d'être traité par la digestion anaérobie mais constituent des effluents riches en protéines et donc potentiellement inhibiteurs du processus biologique. En effet, ces déchets présentent des substrats d'une grande complexité, vu la toxicité potentielle de l'azote qu'ils sont susceptibles de libérer dans le milieu de digestion. L'azote, bien qu'il soit indispensable pour la croissance cellulaire des microorganismes, risque d'inhiber les communautés bactériennes et de déstabiliser le fonctionnement du fermenteur s'il est en trop grande concentration dans le milieu [101]. Une connaissance poussée des propriétés de ces bioprocédés est donc nécessaire en lien avec la stabilité et les performances du digesteur. Cette connaissance peut être recueillie à partir des études expérimentales mais également au travers de l'analyse de modèles mathématiques.

Dans ce chapitre, nous présentons quelques travaux dédiés à la mono fermentation des substrats à forte teneur en protéines que nous nommerons simplement par la suite "substrats protéiques". Nous mettons ainsi l'accent sur le problème de la toxicité de l'azote : concentrations critiques à éviter et solutions empiriques à adopter. Ensuite, nous nous intéressons à la flore microalgale considérée comme "une source de protéines". Nous décrivons les principales caractéristiques de cette espèce et les moyens souvent utilisés pour la valoriser, puis nous proposons un état de l'art sur la DA des microalgues.

Pour ce qui est de la compréhension des dynamiques internes de ces bioprocédés, de même que pour la prédiction de leurs performances, nous montrons que la modélisation est un outil puissant. Enfin, nous soulignons certains aspects génériques usuellement liés à la conduite des fermenteurs.

1.2 Digestion anaérobie des substrats à forte teneur en protéines

Les protéines de la matière organique digérée dans les procédés anaérobies sont bien plus rentables que les hydrates de carbone en termes de production du méthane [114]. Aussi, leur structure moléculaire favorise leur biodégradabilité en comparaison avec d'autres molécules. La biodégradation des protéines en acides aminés et en azote est quatre fois plus rapide que celle des lipides [106]. Cette forte biodégradabilité peut entraîner des concentrations importantes en azote et constituer une toxicité pour les microorganismes. Cela peut amener le système dans un état critique et mettre en péril la stabilité du processus : c'est la raison pour laquelle elle a été largement étudiée.

Nous présentons dans les paragraphes qui suivent différentes études, dont les objectifs étaient très divers :

- Performances à l'échelle industrielle (certains auteurs pensent qu'elle n'est pas performante) [131].
- Evaluation du rendement de ce procédé pour divers substrats.

- Caractérisation des conditions propices du fonctionnement (cela fait l'objet de nombreuses études).
- Détermination des seuils critiques d'inhibition et des techniques pour s'affranchir de la toxicité des microorganismes par excès d'azote.

1.2.1 La mono fermentation en question

Comme nous l'avons déjà évoqué, la richesse des substrats protéiques en azote rend leur fermentation très sensible aux conditions environnantes, en particulier, dans le cas d'une surcharge organique du bioréacteur. Cela pose la question du contrôle de la DA de ce type de substrats. La plupart des recherches de la littérature se sont intéressées à l'évaluation expérimentale de la possibilité de cette digestion, de ses performances et de ses principales limitations. Ortner *et coll.* [131] et Kovács *et coll.* [102] se sont penchés sur la mono fermentation des déchets d'abattoir. Ils ont souligné le rendement énergétique exceptionnel de la DA de ces substrats protéiques ainsi que l'importance de la phase d'acclimatation des microorganismes.

Démontrer l'efficacité énergétique de ce genre de procédé était, bien, l'objectif de Kovács *et coll.* [102], lors de la DA de la caséine et du sang du porc. Ces auteurs ont adopté des concentrations croissantes de l'effluent jusqu'à la déstabilisation du processus afin de mettre en évidence les conditions nécessaires pour un rendement optimal.

Au regard des limites de cette fermentation, Ortner *et coll.* [131] ont essayé de déterminer, dans des conditions thermiques mésophiles (20-40°C) et psychrophiles (4-15°C), la concentration maximale de l'azote tolérée ainsi que la charge organique optimale garantissant la stabilité du système. Ces critères s'avèrent utiles pour étendre les connaissances sur le déroulement de la fermentation de différents substrats riches en protéines.

Dans cette optique, Demirel *et coll.* [53] ont souligné l'importance des études de modélisation pour la détermination des mécanismes de biodégradation de l'azote et du phosphore, lors de la digestion d'effluents laitiers par des microorganismes acclimatés.

L'influence du Temps de Séjour Hydraulique (TSH en français ou HRT pour "Hydraulic Retention Time" en anglais) sur la production du méthane à partir des déchets d'abattoirs a été étudiée par Ek *et coll.* [59]. Ces auteurs ont montré qu'en présence d'une forte concentration en azote, l'adoption d'un TSH assez important à une température mésophile garantit la stabilité du procédé (nous reviendrons sur ce résultat qui, au premier, peut sembler surprenant).

En revanche, la digestion du fumier de poulet étudiée par Bujoczek *et coll.* [41] a révélé une relation non proportionnelle entre la dégradation de la matière organique et la production du méthane : l'augmentation de la charge organique entraîne une augmentation de la conversion de l'azote organique en ammoniacale de 62% à 80.3%.

Par ailleurs, il est possible de compenser la toxicité d'un substrat d'alimentation fortement azoté par l'addition d'autres effluents de nature hétérogène. Ainsi, la co-digestion de substrats protéiques avec d'autres substrats peut être une solution intéressante pour "équilibrer" la composition des mélanges.

A cet égard, Buendia *et coll.* [40] ont souligné l'importance de la co-digestion pour garantir les performances de la fermentation des déchets de l'industrie de viande avec des substrats facilement biodégradables.

La co-digestion était bien l'axe de recherche de López *et coll.* [111] où le contenu ruminal était co-digéré avec le sang provenant de déchets d'abattoirs. Les auteurs ont observé un ralentissement de la production du biogaz suite à des concentrations importantes d'ammoniaque. La production a pu être rapidement rétablie après une période d'adaptation des bactéries. L'impact des protéines sur le débit de gaz a été étudié expérimentalement par Wagner *et coll.*, durant la co-digestion de la gélatine et de déchets de dindes [164].

Dans le but d'explorer les limitations de la co-digestion d'un substrat simple avec un substrat protéique, Pitk *et coll.* [139] ont étudié la fermentation des boues d'épuration avec des déchets d'abattoir. Cela a accentué l'effet de ces derniers sur la production de méthane.

En outre, à des fins d'évaluation de la rentabilité en méthane, ces mêmes auteurs ont étudié différents autres substrats tels que le fumier du porc, le fumier de poulet ... Deux différents mélanges étaient ainsi considérées : poulet, porc, bovine et poulet, fumier de vache, cosse d'olive [60].

La grande diversité des substrats riches en protéines a poussé les chercheurs à définir des critères plus ou moins standards à prendre en compte lors des expériences. Les concentrations limites en azote, ses fluctuations en fonction des conditions opératoires ainsi que les stratégies expérimentales recommandées pour pallier les risques d'inhibition ont ainsi été étudiés.

1.2.2 Problématique de l'azote

L'azote dérivé du traitement des substrats protéiques appelé aussi l'azote totale (TAN : Total Ammoniacal Nitrogen) se décompose en ammonium (NH_4^+) et en ammoniaque NH_3 (FAN : Free Ammoniacal Nitrogen). Un excès de l'azote inhibe les bactéries méthanogènes [169] : il peut changer le pH intra-cellulaire, augmenter le besoin d'énergie de maintenance, inhiber certaines enzymes, induire une insuffisance en potassium ... [68, 47]. Selon Hansen *et coll.* les concentrations des formes totale et libre de l'azote sont reliées par une formule dépendante des conditions environnantes. A une température de 35 °C et un $pH = 7$, l'azote ammoniacal, hautement perméable à la membrane cellulaire, représente 1% de l'azote total [82]. Or, des concentrations assez importantes en FAN mènent au dysfonctionnement du bioréacteur.

La toxicité de l'azote a été largement étudiée pour différents types de substrats protéiques. Compte tenu que la quantité d'azote nécessaire pour la synthèse cellulaire estimée par Liu et Sung [108] est d'environ 200 mg.L^{-1} , des concentrations supérieures devraient affecter le métabolisme bactérien. Or, il semble que ce ne soit pas le cas. En effet, Van Velsen [161] affirme que même des concentrations de l'ordre de 1500 mg.L^{-1} ne présentent aucun danger sur les méthanogènes. En revanche, ils ont rapporté que des concentrations supérieures (de l'ordre de $1500 - 3000 \text{ mg.L}^{-1}$) inhibent fortement les bactéries fermentatives à $pH > 7.4$. Cela correspond bien aux résultats des précédents travaux menés par McCarty [121] et Hobson et Shaw [90], dans lesquels les seuils d'inhibition du TAN étaient de l'ordre de $3000 \text{ mg}(NH_4 - N).L^{-1}$ et $3300 \text{ mg}(NH_4 - N).L^{-1}$, respectivement.

Cependant, la gamme de la concentration d'inhibition pourrait être plus large selon Kroeker *et coll.* [103] qui ont observé une chute de 50% de production du méthane et de 56.5% de l'activité bactérienne dès que l'azote atteint $4051 - 5734 \text{ mg}(NH_3 - N).L^{-1}$.

A leur tour, Hejnfelt et Angelidaki [86] ont considéré une nouvelle gamme, après avoir observé une décroissance du rendement de biogaz à des concentrations de 1500 – 7000 $mg.L^{-1}$. Ils ont ainsi souligné que ces seuils dépendent des conditions environnementales.

Des concentrations beaucoup plus importantes ont été obtenues par Chen *et coll.* qui ont montré que les concentrations d'inhibition sont de 1.7 à 14 $g.L^{-1}$. Une relation a ainsi été proposée pour déduire le FAN à partir du TAN [47].

Par ailleurs, le FAN critique était défini respectivement par 100 $mg.L^{-1}$ et 7 $g.L^{-1}$ dans le cas de la digestion des déchets d'abattoir [131] et de sous-produits animaliers [86]. Ainsi, des concentrations différentes étaient déterminées dans le cadre d'autres recherches [166, 102].

Il est remarquable qu'une différence aussi importante existe entre ces seuils d'inhibition, fortement dépendants des différentes charges organiques adoptées, de la température, du taux de dilution du bioréacteur, du potentiel d'acclimatation des bactéries, de la présence d'autres ions, ainsi que du pH du milieu [131, 6]. Ce dernier, agit significativement sur les concentrations critiques FAN et TAN vu son rôle dans l'ionisation de l'azote, et cela même en co-digestion d'après Rajagopal *et coll.* [143].

L'azote présent dans le milieu réactionnel inhibe les microorganismes dès qu'il atteint ces seuils critiques. Cela conduit le réacteur à un régime de fonctionnement critique et potentiellement risqué. Pour pallier ce problème, de nombreuses techniques peuvent être utilisées même si la plupart d'entre elles sont empiriques. L'addition d'oligo-éléments dans les bioréacteurs tels que le sélénium et le molybdène, l'utilisation du zéolite, la précipitation de struvite, la co-digestion avec un substrat riche en carbone, se sont révélées efficaces pour surmonter les problèmes induits [143]. En revanche, des approches moins coûteuses peuvent être adoptées comme l'utilisation de bactéries acclimatées (ce qui augmente la robustesse du fermenteur envers les milieux basiques), la baisse du pH et de température [143], l'adoption d'un faible taux de dilution et d'une charge organique modérée ... etc.

Parmi les différents substrats protéiques qui existent, nous nous intéressons dans la suite à la Digestion Anaérobie des espèces microscopiques cultivables riches en protéines, connues sous le nom de "microalgues".

1.3 Les microalgues : source de protéines

1.3.1 Composition et valorisation des microalgues

Les microalgues sont des organismes végétaux, photosynthétiques, mono ou pluri-cellulaires de taille microscopique. Ils constituent un élément de base des écosystèmes aquatiques.

A la différence des plantes terrestres, la flore microalgale est caractérisée par une dynamique de croissance très rapide. Ainsi, elle se développe facilement dans des systèmes artificiels ouverts comme les étangs et se cultive aisément dans des systèmes fermés tels que les photobioréacteurs : où se pose alors la question de la maîtrise de l'intensité et du temps d'exposition à la lumière, de la réduction des risques de prédation et de compétition externe ... etc [155].

Caractérisées par une grande biodiversité, les microalgues ont une composition cellulaire moyenne définie par $CO_{0.48}H_{1.83}N_{0.11}P_{0.01}$ [76]. De nombreuses espèces microalgales existent, leur teneur en protéines, lipides et hydrates de carbone est susceptible de balayer les proportions

(6 – 52)%, (7 – 23)% et (5 – 23)%, respectivement (figure 1.1).

Au regard de leur composition, différents modes de valorisation sont appliqués aux microalgues telles que la conversion thermochimique ou biochimique, la séparation chimique, la combustion, la DA ...

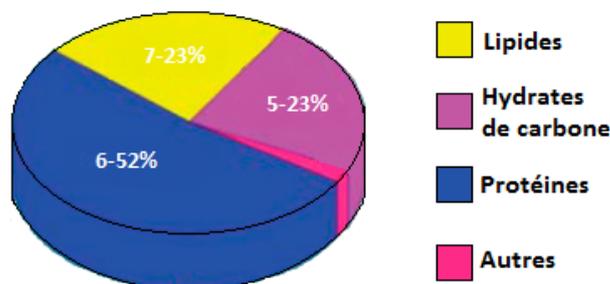


FIGURE 1.1 – Composition des microalgues [73]

1.3.2 Digestion et co-digestion anaérobie des microalgues

La biomasse microalgale est un substrat potentiellement intéressant pour la DA. Outre ses performances en termes de qualité du biogaz [113], la fermentation des microalgues permet le recyclage des nutriments (phosphore, azote) nécessaires à cultiver ces espèces à un faible coût énergétique [152]. Les protéines des microalgues jouent un rôle important dans les phases d'hydrolyse et de méthanogénèse du processus de fermentation : une solubilisation assez importante est suffisante pour améliorer significativement la production du biogaz [114].

Cependant, le type et la composition de la biomasse algale risquent de peser sur la rentabilité du bioprocédé. En effet, les parois cellulaires très résistantes de ces espèces [70] ainsi que leur richesse en protéines posent des problèmes de bio-accessibilité et potentiellement d'une inhibition des bactéries fermentatives. L'ensemble de ces contraintes peut entraîner des dysfonctionnements des procédés de DA des microalgues et freine leur déploiement à grande échelle. Cela a fait de la DA des microalgues un sujet intéressant à étudier [52].

Ward *et coll.* [167], Montingelli *et coll.* [123], Ganesh Saratale *et coll.* [152] ont réalisé des états de l'art sur les différentes études qui leur ont été consacrées. Les limitations de ce genre de procédé et sa dépendance par rapport aux facteurs environnementaux sont des aspects cruciaux communément soulignés. Le maintien de ces derniers dans des gammes bien précises constitue l'une des techniques pratiques qui favorise un fonctionnement optimal du digesteur.

Ras *et coll.* ont montré les performances d'un processus couplé de production et de digestion anaérobie des microalgues (*chlorella vulgaris*). Dans leur étude, ils ont souligné le rôle bénéfique de l'augmentation du TSH sur le potentiel de traitement (51% de la DCO) ainsi que la nécessité d'un prétraitement de la biomasse avant fermentation [144].

L'influence de la température et du TSH a été étudiée par Parkin et Owen [134] et Samson et Leduy [151]. Ces derniers rapportent que le rendement du méthane est constant et optimal à une faible charge organique et une faible dilution. Dans le cas contraire, la rentabilité du méthane chute drastiquement. De plus, les effets de la température et du pH sur la digestion ont été

étudiés par Sialve *et coll.* [155], mettant en évidence que le choix du taux de dilution et de la charge organique dépend significativement de l'espèce microalgale.

Une évaluation de la rentabilité en fonction du type des microalgues était ainsi envisagée par Goluek *et coll.* [70] et Dębowski *et coll.* [52]. Les auteurs ont utilisé une culture mixte de *Chlorella Sp* et *Scenedesmus Sp* et deux différentes compositions algales, afin d'étudier le flux de gaz et le taux de production du méthane, respectivement.

Comme évoqué ci-dessus, des études en co-digestion ont également été menées. Les co-substrats souvent utilisés consistent en les matières premières riches en carbone [87], les boues municipales et les déchets de papeteries [16], les boues et le lixiviat des déchets alimentaires [97], les boues activées et le glycérol [127, 166, 44], les boues d'épuration [130], les déchets solides des moulins à olives [66], ... etc.

Aussi bien en mono digestion qu'en co-digestion, les techniques empiriques évoquées précédemment ont souvent prouvées leur efficacité pour pallier les problèmes d'inhibitions à l'intérieur du biodigester. Cependant, ces dernières restent insuffisantes. Il serait donc préférable de prédire *a priori* les toxicités par un choix judicieux des paramètres du fonctionnement ou de pallier les risques d'inhibition par la sélection d'un co-substrat approprié. Cela permettra d'anticiper tout dysfonctionnement du fermenteur.

Toutefois, il est malheureusement impossible de connaître les seuils optimaux à adopter sans se référer à des expériences déjà établies et issues de la littérature. Même s'il est difficile de prédire les interactions possibles des dynamiques internes d'un mélange de substrats, le recours à la modélisation mathématique du procédé et son étude doivent pouvoir nous permettre d'appréhender le fonctionnement de la DA.

En effet, dans bien des cas, la modélisation se révèle un outil intéressant pour prédire le comportement d'un procédé, déduire les éventuelles perturbations et tester certaines hypothèses quant à son fonctionnement. En outre, la modélisation offre la possibilité de synthétiser des lois de commande permettant de stabiliser le digester et d'optimiser ses performances.

1.4 Sur la modélisation et le contrôle de la DA

Depuis son apparition, la DA a constitué une piste de recherche très active. Les premières études étaient le fait de chimistes et de biologistes qui cherchaient, jusqu'à 1930 environ, à identifier les précurseurs du méthane [156], à expliquer les problèmes encourus et à définir la stoechiométrie des réactions de biodégradation [43].

Une description grossière de la méthanisation fut proposée en 1939 [42]. Elle était décrite par une réaction de dégradation qui définissait, à partir d'une quantité donnée de substrat d'alimentation, la quantité du méthane et du dioxyde de carbone formés en sortie du digester. Cette formulation, bien qu'extrêmement simple, a fourni une première modélisation du processus de fermentation.

Dans le cadre de cette thèse, un modèle traduit, sous forme d'équations mathématiques, la dynamique des variables essentielles de la DA, notamment en modélisant les cinétiques réactionnelles qui se produisent au cours de la digestion. Il devra permettre de prédire de manière fiable le comportement du procédé et de mieux appréhender les réactions mises en jeu.

Plusieurs étapes historiques caractérisent la modélisation des bioprocédés. En 1942, une relation mathématique liant l'activité bactérienne et la dynamique du substrat à dégrader était établie par le biologiste Monod. Ce dernier l'a étudié en 1950 dans un dispositif continu mis au point pour contrôler la croissance des microorganismes et a proposé un modèle, bien connu sous le nom de "modèle du chemostat" [122].

En 1964, McCarty a détaillé les concepts fondamentaux de microbiologie et de chimie à considérer lors de la modélisation de la DA [121]. Il mit en évidence les conditions environnementales favorables ainsi que la nécessité du contrôle du bioréacteur en présence d'inhibiteur et de matières toxiques. La même année, Powell [141] a souligné que des inhibitions pouvaient se produire et que, dans de tels cas, la fonction de Monod était inadaptée. Andrews fut parmi les premiers, en 1969, à proposer un modèle de DA dans lequel il a introduit la notion d'inhibition. Il a considéré une seule étape de digestion appelée la méthanogénèse inhibée par les Acides Gras Volatils (AGVs). Il a ainsi pris en compte la limitation et l'inhibition de la croissance bactérienne par leur substrat lors du traitement de déchets industriels [19]. La conception de ce modèle était aussi basée sur les résultats de recherche de Haldane sur l'inhibition enzymatique à des concentrations importantes d'enzymes [81]. Cet auteur a présenté en 1971 un second modèle avec les équations décrivant les transferts gaz-liquides [20].

L'effet inhibiteur de la forme ionique des AGVs a été modélisé par Graef et Andrews dans leur modèle proposé en 1973 [75]. Peu d'années après, en 1977, une toxicité significative de l'azote était identifiée et introduite dans le modèle de Hill et Barth [89]. Dans la même veine, deux types d'inhibitions étaient considérées par Hill [88], Mosey [125] dues à des surconcentrations en AGVs non ionisés et d'hydrogène, respectivement.

En parallèle, les modèles se sont compliqués au fur et à mesure de l'avancement de la connaissance sans pour autant qu'ils soient le sujet d'analyses de la part de mathématiciens. Kleinstruer et Poweigha [98] ont ajouté une autre phase à la méthanogénèse, baptisée acétogénèse. Juste après, deux nouvelles phases appelées hydrolyse et acidogénèse étaient suggérées par Bryers dans son modèle [39]. L'ensemble des étapes de digestion précédemment évoquées était, ainsi, intégré dans le modèle de Kiely *et coll.*, publié en 1977 [96].

D'autres descriptions relativement simples (en fonction des étapes de DA incluses) ont été proposées au cours des 40 dernières années. Clairement limitées par la puissance informatique avant 1980, ces modèles étaient largement préférés par une grande communauté d'ingénierie à des fins d'optimisation et de contrôle.

Une représentation à deux étapes du procédé de DA était proposée par Bernard *et coll.* en 2001 [36]. Dans leur modèle, dit "AM2", les auteurs ont pris en compte les phénomènes macroscopiques ayant lieu dans le milieu de digestion, en ne considérant que deux étapes : acidogénèse et méthanogénèse. La formulation mathématique simple du modèle AM2 était utilisée pour tester sa validité et sa robustesse dans différentes conditions et pour synthétiser des lois de commande - éventuellement optimales - permettant de stabiliser le processus de DA et de pallier les éventuelles inhibitions notamment dans le cas de substrats à forte capacité inhibitrice.

A cet égard, peu de modèles de la littérature étaient particulièrement dédiés à la description de la DA des substrats protéiques, tel que le modèle de Batstone *et coll.* décrivant la DA des eaux usées dérivées des déchets d'abattoirs [29], le modèle de Lokshina *et coll.* [110] destiné au

traitement des déchets d'abattoirs et, plus récemment, le modèle MAD (Microalgae Anaerobic Digestion) proposé par Mairet *et coll.*, développé pour un processus de DA des microalgues et validé sur des données expérimentales [117].

Vu les avantages que présente la co-digestion dans le cas de telles inhibitions, des modèles simples de co-DA étaient récemment proposés par Kouas *et coll.* [99, 100]. Le but majeur était de caractériser les cinétiques de dégradation de différents types de substrats et d'évaluer le rendement énergétique en présence d'une augmentation progressive de la charge organique.

Outre les modèles simples, une description plus détaillée de la DA était présentée par l'IWA (International Water Association) en 2002, baptisée ADM1 (Anaerobic Digestion Model n°1) [49]. Destiné aux biotechnologues, le modèle ADM1 décrit en détails les processus physico-chimiques et biochimiques les plus importants de la digestion anaérobie des boues, en plusieurs dizaines d'équations différentielles et cinq phases de digestion : désintégration, hydrolyse, acidogénèse, acétogénèse et méthanogénèse (voir figure 1.2). A l'origine, il compte 26 variables dynamiques, 10 équations algébriques et plus de 130 paramètres [49].

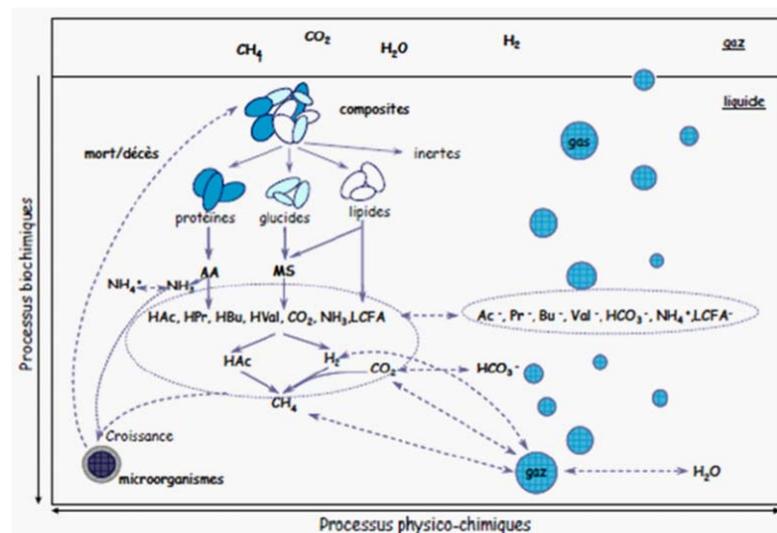


FIGURE 1.2 – Processus de conversion physico-chimiques et biochimiques considérés par le modèle ADM1 [49].

L'ADM1 prend en considération les échanges gaz-liquide et les équilibres acido-basiques. L'influence de la température est aussi incluse. Il permet donc de décrire des processus mésophiles et thermophiles de digestion.

Selon l'ADM1, la matière organique polluante est composée d'une fraction biodégradable et d'une autre non biodégradable. Cette dernière est présente sous la forme de composés minéraux (inertes solubles) ou de composés en suspension (inertes particulières).

Sept communautés bactériennes dégradent la fraction biodégradable du substrat d'alimentation, par des transformations extra-cellulaires ou intra-cellulaires de la matière organique polluante.

Ces réactions de transformations sont régies par des cinétiques de premier ordre pour la phase d'hydrolyse et des cinétiques de Monod pour les phases d'acidogénèse, d'acétogénèse et de méthanogénèse. Ces cinétiques dépendent éventuellement d'autres facteurs définissant la compétition entre les bactéries et les inhibitions par le pH, les AGVs, l'hydrogène ...

Le modèle ADM1 est un modèle de référence adapté aux exigences et aux applications de la recherche. Cependant, au regard de la grande variété des substrats digérés et des composants pouvant entrer en jeu, des extensions de ce modèle étaient suggérées dans le cas de la DA : des substrats riches en lipides [133], des microalgues [118], des substrats solides complexes [140], des effluents riches en sulfates [61].

L'enjeu principal des procédés de DA est de combiner un rendement épuratoire à une production la plus importante possible du biogaz. Utiliser un modèle de digestion pour synthétiser une stratégie de contrôle apparaît comme une alternative aux approches heuristiques utilisées jusqu'à récemment. Il faut alors des modèles suffisamment simples pour être analysables par les mathématiques mais également suffisamment complexes pour caractériser la dynamique du système de manière satisfaisante. De son côté, l'ADM1 peut être considéré comme un lien entre les différentes recherches et les domaines de l'ingénierie. Or, son utilisation est freinée par son importante complexité qui le rend inutilisable pour la synthèse d'une loi de commande.

Ainsi, puisqu'il est important d'extraire le maximum d'informations que l'ADM1 peut inclure, et parce qu'il est trop complexe à étudier par des outils analytiques standards des mathématiques, le développement de procédures pour obtenir systématiquement des modèles plus simples à partir de ce modèle complexe est très important. Les modèles simples qui en résultent peuvent servir non seulement pour la synthèse des contrôleurs, mais aussi pour comprendre la dynamique des modèles complexes type ADM1. En effet, la manipulation de certains paramètres au cours du contrôle permet de i) déduire le comportement de certaines variables du système de la DA et de ii) gérer les potentielles inhibitions. En outre, si on se sert, d'une autre manière, de la structure synthétique des modèles simples, nous déduisons l'effet dominant de certaines composantes de la digestion et nous pouvons donc les classer par leur niveau d'influence et justifier certaines connaissances décrites par les modèles compliqués. Ces modèles offrent également la possibilité d'évaluer les propriétés qualitatives des procédés de fermentation par l'utilisation d'outils mathématiques d'analyse. Cette approche s'est révélée efficace pour établir les conditions optimales de fonctionnement de fermenteurs et comprendre quelques questions d'écologie microbienne telles que la coexistence d'espèces [80], les relations syntrophiques entre les populations bactériennes [79, 80, 51], le phénomène de flocculation [63], la compétition [62] ou encore la dynamique des Matières Particulaires Solubles (SMP) [34], Une acquisition précoce de telles notions sur les modèles est bien indispensable avant d'entamer la phase du contrôle.

La commande des bioprocédés en utilisant des modèles simples vise la plupart des cas à stabiliser le système (bioréacteur autour d'un point du fonctionnement) et à optimiser ses performances. L'opérateur s'attache à choisir les sorties à optimiser et les paramètres d'entrée sur lesquels il doit agir afin de remplir ces objectifs.

La mise en oeuvre des lois de commande était largement répandue dans le domaine des bioprocédés [85, 67, 128, 92, 159, 56]. Le taux de dilution du bioréacteur constitue, dans de nombreuses études, la variable de contrôle permettant souvent d'envisager une minimisation de la charge

polluante ou une maximisation de la production du biogaz [92, 142, 149]. A des fins très diverses, plusieurs modèles simples de la DA (aux niveaux de complexité relativement bas) furent alliés à des commandes classiques tel que le PID [119, 45], ou à des commandes plus avancées, usuellement dérivées des méthodes de synthèse systématiques [92].

Sur la base des modèles de premier ordre, Mailleret *et coll.* [116] ont synthétisé une commande adaptative pour stabiliser un bioprocédé soumis à des perturbations (cinétiques de croissance bruitées). Un contrôle optimal était développé par Bayen *et coll.* [30] et appliqué à un modèle décrivant deux bioréacteurs couplés traitant des microalgues. Un autre type de commande linéaire par retour d'état était proposé par Angulo *et coll.* [21] où l'optimisation de la production du biogaz lors du traitement du lixiviat était bien envisagée.

En revanche, des modèles à deux et à trois étapes étaient contrôlés par Antonelli *et coll.* [22] et Bastin et Dochain [28], via des commandes adaptative et robuste, respectivement. Leur objectif s'articulait autour de la maximisation de la rentabilité en termes du biogaz.

A partir d'un modèle réduit d'ordre 6, Petre *et coll.* [138] ont développé un contrôle adaptatif qui a permis de maintenir le taux de pollution de l'effluent à un niveau relativement bas. Cela a également été le cas dans d'autres études [116, 27, 83].

Pourtant bien plus performantes que les commandes classiques, les commandes avancées reposent, lors de leur synthèse, sur des informations récoltées d'un réseau de capteurs qui fournissent un jeu de mesures indispensable pour l'implémentation de la loi de commande à l'échelle industrielle ou dans un environnement de simulation. Usuellement, un nombre important de mesures est requis, ce qui nécessite le recours à des capteurs logiciels dit observateurs d'état.

Un observateur garantit l'estimation de certaines grandeurs inaccessibles : il fournit en temps réel un flux d'informations sur certaines variables du système. La synthèse des observateurs est souvent basée sur des modèles simples de digestion [147, 57, 91]. Ces derniers peuvent eux même jouer le rôle de capteurs s'ils sont suffisamment fiables pour représenter fidèlement le processus réel à contrôler [104]. Ainsi, le couplage observateur-régulateur garantit le plus souvent les meilleurs performances du procédé de digestion.

1.5 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons décrit la DA des substrats protéiques qui permettent d'obtenir de bons rendements en biogaz mais qui sont susceptibles d'entraîner des inhibitions. Nous avons ensuite introduit les microalgues comme un substrat riche en protéines. Nous avons présenté leurs propriétés majeures ainsi que les études de la littérature axées autour de leur valorisation par digestion. Finalement, nous avons donné un état de l'art sur les modèles et les commandes utilisées dans le domaine des bioprocédés et qui permettent de limiter les risques de survenue de phases d'inhibitions pouvant dégrader les performances des digesteurs anaérobies.

La biodégradabilité rapide des protéines ainsi que leur propriétés moléculaires justifient l'avantage énergétique que présente la digestion des substrats protéiques. Or la sécrétion importante de l'azote qui en résulte freine son déploiement à grande échelle. Cela fait du contrôle et de l'analyse de modèle de la DA des substrats protéiques une priorité.

Dans le chapitre 2 nous étudions un modèle mathématique de Digestion Anaérobie des substrats riches en protéines. Etant expérimentalement et théoriquement validé, nous nous intéres-

sons au modèle MAD (Microalgae Anaerobic Digestion) précisément développé pour décrire la DA des microalgues. L'analyse des équilibres de MAD nous permettra d'en déduire les conditions optimales de fonctionnement. En se fondant sur les propriétés qualitatives révélées, l'opérateur s'attachera ainsi à choisir préalablement les valeurs de ses paramètres d'entrée ou à la synthèse d'une commande stabilisante.

Chapitre 2

Analyse mathématique du modèle MAD

Guide de lecture :

Nous consacrons ce chapitre à l'analyse mathématique d'un modèle de DA des microalgues [117]. Ce modèle, nommé MAD, est validé "théoriquement" en confrontant ses simulations avec celles d'un modèle plus complexe type ADM1 (ADM1m) et expérimentalement en utilisant un jeu de données obtenu sur procédé réel [118]. Dans un premier temps nous analysons les équilibres du modèle MAD et leur conditions d'existence. Par la suite, nous étudions numériquement leurs nature (stabilité) et leurs propriétés de bifurcation en considérant des paramètres de contrôle comme le taux de dilution. Enfin, nous mettons en évidence une limitation importante du modèle étudié.

2.1 Introduction

L'azote est le premier "responsable" des défaillances de l'immense majorité des procédés de DA des substrats riches en azote, notamment sous sa forme ammoniacale. Caractérisé par une haute perméabilité à la membrane cellulaire, l'ammoniaque cause l'inhibition des bactéries fermentatives. Sa toxicité est cependant fortement dépendante des conditions opératoires adoptées lors du traitement.

Pour un utilisateur, l'idéal serait de pouvoir prédire *a priori* le comportement du fermenteur en raisonnant sur la base d'un modèle mathématique qui décrirait fidèlement le système étudié pour prendre les mesures nécessaires au maintien de son bon fonctionnement. Ce type d'approche offre la possibilité de permettre de comprendre l'influence des paramètres opératoires sur le comportement qualitatif du processus et de déduire leurs valeurs optimales.

Pour ce faire, nous étudions dans ce chapitre les propriétés du modèle MAD (Microalgae Anaerobic Digestion) [117] qui décrit la DA des microalgues et dont le comportement a été validé à partir de simulations d'un modèle plus complexe type ADM1 (réacteur virtuel), et expérimentalement par un jeu de données obtenu sur un procédé réel [118].

Une analyse détaillée des équilibres du modèle et de leur stabilité est menée. Ensuite, nous évaluons les performances du processus en termes de production du biogaz, afin de définir les plages optimales de pH , D , S_{in} et N_{in} assurant un rendement maximal de fermentation. Enfin, nous étudions le phénomène de toxicité de l'azote et nous mettons en évidence une limitation importante du modèle MAD.

2.2 Le modèle MAD 'Microalgae Anaerobic Digestion' model

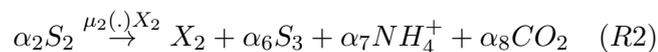
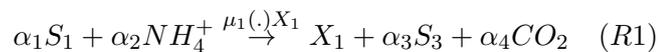
2.2.1 Description biologique

Le modèle MAD est un modèle à deux étapes-trois réactions de la digestion anaérobie des microalgues (Microalgae Anaerobic Digestion), proposé par Mairet *et coll.* [117]. Le modèle considère quatre substrats (S_1 sucres/lipides, S_2 protéines, S_3 Acides Gras Volatils et S_I inertes), et trois groupes bactériens : X_1 , X_2 et X_3 .

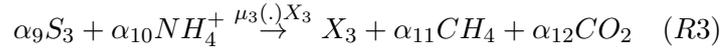
Lors de la première étape appelée hydrolyse-acétogénèse, les communautés bactériennes X_1 et X_2 dégradent S_1 et S_2 , suivant les réactions (R1) et (R2), pour produire des AGVs (S_3). Les AGVs sont convertis en méthane par l'intermédiaire des bactéries X_3 suivant la réaction (R3) de la seconde étape appelée méthanogénèse (voir figure 2.1).

A l'échelle dite "macroscopique", les réactions de dégradation sont décrites par les schémas réactionnels suivants :

— Hydrolyse-acétogénèse



— Méthanogénèse



où $\mu_1(\cdot)$, $\mu_2(\cdot)$ et $\mu_3(\cdot)$ représentent, les taux de croissance des bactéries X_1 , X_2 et X_3 , respectivement. μ_1 , μ_2 sont des fonctions ratio-dépendantes. Cela est justifié par le fait que l'hydrolyse est limitée par la surface des substrats sur lesquels la biomasse vient se fixer. Lorsque la concentration en biomasse augmente, c'est la surface disponible de substrat (et donc sa concentration) qui limite la croissance. Ainsi, les cinétiques des réactions (R1), (R2) dépendent de la quantité de substrat par unité de biomasse (S_i/X_i , avec $i = 1, 2$). Elles sont décrites par le modèle de Contois [160] :

$$\mu_i(S_i, X_i) = \bar{\mu}_i \frac{S_i}{(S_i + K_{S_i} X_i)}, i = (1, 2) \quad (2.1)$$

où $\bar{\mu}_i$ ($i = 1, 2$) est le taux de croissance spécifique maximal des bactéries X_i et K_{S_i} est la constante de demi-saturation de Contois.

En plus d'éventuels problèmes d'accumulation des AGVs, un risque potentiel d'inhibition par excès d'azote peut être encouru lors de la DA des microalgues riches en protéines. La cinétique μ_3 dépend donc de S_3 et de NH_3 . Elle est modélisée par la fonction suivante :

$$\mu_3(S_3, NH_3) = \bar{\mu}_3 \frac{S_3}{S_3 + K_{S_3} + \frac{S_3^2}{K_{I3}}} \frac{K_{I,nh_3}}{K_{I,nh_3} + NH_3} \quad (2.2)$$

avec $\bar{\mu}_3$ le taux de croissance spécifique maximal des bactéries X_3 , K_{S_3} la constante de demi-saturation de Haldane, K_{I3} la constante d'inhibition de Haldane et K_{I,nh_3} la constante d'inhibition de l'ammoniaque.

Cependant l'association ou la dissociation de l'azote inorganique total N avec des ions hydrogène/hydroxyde (h) peut entraîner la formation d'ammoniaque (NH_3) et/ou d'ammonium (NH_4^+). A l'équilibre, ce processus physico-chimique se caractérise par une constante de dissociation K_N définie comme : $K_N = \frac{h[NH_3]}{[NH_4^+]}$. Ainsi, μ_3 peut être écrit comme suit :

$$\mu_3(S_3, N) = \bar{\mu}_3 \frac{S_3}{S_3 + K_{S_3} + \frac{S_3^2}{K_{I3}}} \frac{K_{I,nh_3}}{K_{I,nh_3} + \gamma N}, \quad \gamma = \frac{K_N}{K_N + h} \quad (2.3)$$

Notons que, dans le cas du modèle MAD, l'acétate est considéré comme le composant majoritaire des AGVs (cf. [117]). Aussi, vu les faibles valeurs de TSH adoptées dans les expériences de Mairet *et coll.* [117], le taux de mortalité n'a pas été pris en compte dans les équations du modèle.

2.2.2 Equations mathématiques

La formulation mathématique du modèle MAD repose sur la loi de bilan de masse ; [28]. Les équations mathématiques du modèle MAD sont données par [117] :

$$\dot{S}_1 = D(\beta_1 S_{in} - S_1) - \alpha_1 \mu_1 X_1 \quad (2.4)$$

$$\dot{S}_2 = D(\beta_2 S_{in} - S_2) - \alpha_5 \mu_2 X_2 \quad (2.5)$$

$$\dot{S}_3 = -D S_3 + \alpha_3 \mu_1 X_1 + \alpha_6 \mu_2 X_2 - \alpha_9 \mu_3 X_3 \quad (2.6)$$

$$\dot{X}_1 = (\mu_1 - D) X_1 \quad (2.7)$$

$$\dot{X}_2 = (\mu_2 - D) X_2 \quad (2.8)$$

$$\dot{X}_3 = (\mu_3 - D) X_3 \quad (2.9)$$

$$\dot{N} = D(N_{in} - N) - \alpha_2 \mu_1 X_1 + \alpha_7 \mu_2 X_2 - \alpha_{10} \mu_3 X_3 \quad (2.10)$$

$$\dot{C} = D(C_{in} - C) + \alpha_4 \mu_1 X_1 + \alpha_8 \mu_2 X_2 + \alpha_{12} \mu_3 X_3 - \rho_{CO_2} \quad (2.11)$$

$$\dot{P}_{CO_2} = -P_{CO_2} \frac{q_{gas}}{V_{gas}} + \rho_{CO_2} \frac{V_{liq} R T_{op}}{V_{gas}} \quad (2.12)$$

$$\dot{P}_{CH_4} = -P_{CH_4} \frac{q_{gas}}{V_{gas}} + \rho_{CH_4} \frac{V_{liq} R T_{op}}{V_{gas}} \quad (2.13)$$

$$\dot{z} = D(z_{in} - z) \quad (2.14)$$

$$\dot{S}_I = D(\beta_I S_{in} - S_I) \quad (2.15)$$

où D est le taux de dilution, $\alpha_i (i = 1, \dots, 12)$ sont les paramètres stoechiométriques, $\beta_i (i = 1, 2, I)$ sont des coefficients de fractionnement de la matière organique présente dans l'alimentation. S_{in} , N_{in} , C_{in} et z_{in} représentent respectivement les concentrations d'entrée de la matière organique, de l'azote inorganique N , du carbone inorganique C et de l'alcalinité z .

P_{CO_2} , P_{CH_4} sont les pressions partielles de CO_2 et CH_4 tandis que ρ_{CO_2} et ρ_{CH_4} sont leurs taux de transfert gaz-liquide définis comme suit :

$$\rho_{CO_2} = k_L a \left(\frac{h}{K_C + h} C - K_{H,CO_2} P_{CO_2} \right) \quad (2.16)$$

$$\rho_{CH_4} = \alpha_{11} \mu_3 X_3 \quad (2.17)$$

$$q_{gas} = k_p (P_{CH_4} + P_{CO_2} - P_{atm}) \quad (2.18)$$

V_{liq} , V_{gas} , R , $k_L a$, T_{op} , P_{atm} , q_{gas} , k_p , h désignent respectivement le volume de liquide, le volume de gaz, la constante de la loi des gaz parfaits, le coefficient de transfert gaz-liquide, la température, la pression atmosphérique, le flux gazeux, le coefficient de résistance de la conduite de biogaz et la concentration des ions d'hydrogène. K_{H,CO_2} est la constante chimique de volatilité de la loi de Henry. K_C , K_N sont des constantes de dissociation de l'azote inorganique ($N = [NH_3] + [NH_4^+]$) et du carbone inorganique ($C = [CO_2] + [HCO_3^-]$).

Pour la suite, nous faisons l'hypothèse que le $pH = -\log_{10}[h]$ est constant, ce qui implique que γ , défini par (2.3), est constant .

Dans un souci de simplification, nous négligeons dans l'analyse mathématique suivante les équations (2.11), (2.12) et (2.13) qui sont des sorties du modèle. Les équations (2.14) et (2.15) sont également négligées en raison de l'hypothèse que le pH est constant. Ainsi, nous considérons le modèle réduit (2.4)-(2.10) et nous désignons par $\xi = [S_1, S_2, S_3, X_1, X_2, X_3, N]^T$ son vecteur d'état.

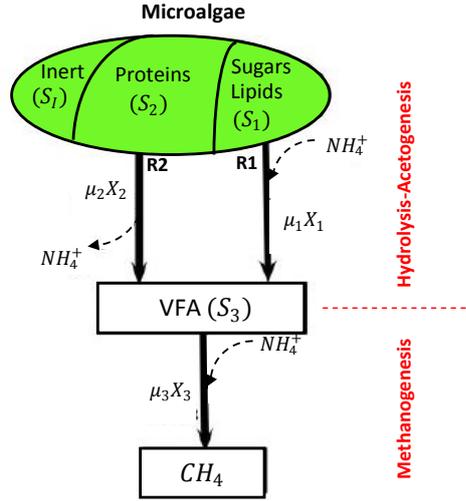


FIGURE 2.1 – Les réactions prises en compte dans le modèle MAD [117].

2.3 Equilibres du modèle MAD

Les équilibres du modèle MAD réduit sont donnés par les solutions du système d'équations algébriques suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} 0 = D(\beta_1 S_{in} - S_1) - \alpha_1 \mu_1 X_1 \quad (2.19a) \\ 0 = D(\beta_2 S_{in} - S_2) - \alpha_5 \mu_2 X_2 \quad (2.19b) \\ 0 = -DS_3 + \alpha_3 \mu_1 X_1 + \alpha_6 \mu_2 X_2 - \alpha_9 \mu_3 X_3 \quad (2.19c) \\ 0 = (\mu_1 - D)X_1 \quad (2.19d) \\ 0 = (\mu_2 - D)X_2 \quad (2.19e) \\ 0 = (\mu_3 - D)X_3 \quad (2.19f) \\ 0 = D(N_{in} - N) - \alpha_2 \mu_1 X_1 + \alpha_7 \mu_2 X_2 - \alpha_{10} \mu_3 X_3 \quad (2.19g) \end{array} \right.$$

Les équations (2.19a, 2.19d), (2.19b, 2.19e), (2.19c, 2.19f et 2.19g) peuvent être résolues en considérant les trois sous-systèmes :

$$\left\{ \begin{array}{l} \bar{\mu}_1 \frac{S_1}{S_1 + K_{S_1} X_1} = D \quad (2.20a) \\ S_1 + \alpha_1 X_1 = \beta_1 S_{in} \quad (2.20b) \end{array} \right.$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \bar{\mu}_2 \frac{S_2}{S_2 + K_{S_2} X_2} = D \quad (2.21a) \\ S_2 + \alpha_5 X_2 = \beta_2 S_{in} \quad (2.21b) \end{array} \right.$$

$$\begin{cases} -S_3 + \alpha_6 X_2 + \alpha_3 X_1 - \alpha_9 X_3 & = 0 & (2.22a) \\ N_{in} - N - \alpha_2 X_1 + \alpha_7 X_2 - \alpha_{10} X_3 & = 0 & (2.22b) \\ \bar{\mu}_3 \frac{S_3}{S_3 + K_{S_3} + \frac{S_3^2}{K_{I_3}}} \frac{K_{I, nh_3}}{K_{I, nh_3} + \gamma N} & = D & (2.22c) \end{cases}$$

2.3.1 Existence des équilibres

A partir de l'équation (2.20a), nous avons :

$$S_1^* = \frac{DK_{S_1} X_1^*}{\bar{\mu}_1 - D} \quad (2.23)$$

qui est positif si et seulement si $\bar{\mu}_1 - D > 0$.

En combinant les équations (2.20a) et (2.20b), nous avons :

$$X_1^* = \frac{\beta_1 S_{in}}{\frac{DK_{S_1}}{\bar{\mu}_1 - D} + \alpha_1} \quad (2.24)$$

En combinant cette expression avec (2.23), nous obtenons :

$$S_1^* = \beta_1 S_{in} \frac{DK_{S_1}}{DK_{S_1} + \alpha_1(\bar{\mu}_1 - D)} \quad (2.25)$$

Ainsi, si S_1^* existe *i.e.* si $D < \bar{\mu}_1$, alors S_1^* est nécessairement inférieur à $\beta_1 S_{in}$. De l'équation (2.21a), nous calculons :

$$S_2^* = \frac{DK_{S_2} X_2^*}{\bar{\mu}_2 - D} \quad (2.26)$$

qui est positif si et seulement si $\bar{\mu}_2 - D > 0$.

En combinant les équations (2.21a) et (2.21b), nous avons :

$$X_2^* = \frac{\beta_2 S_{in}}{\frac{DK_{S_2}}{\bar{\mu}_2 - D} + \alpha_5} \quad (2.27)$$

En combinant la dernière expression avec (2.26), nous avons :

$$S_2^* = \beta_2 S_{in} \frac{DK_{S_2}}{DK_{S_2} + \alpha_5(\bar{\mu}_2 - D)} \quad (2.28)$$

Ainsi, si S_2^* existe *i.e.* si $D < \bar{\mu}_2$, alors S_2^* est nécessairement inférieur à $\beta_2 S_{in}$. De (2.22a), nous obtenons :

$$X_3^* = \frac{1}{\alpha_9} (S_{3in}^* - S_3^*) \quad (2.29)$$

L'équation (2.22b) donne :

$$N^* = N_{in}^* - \alpha_{10} X_3^* \quad (2.30)$$

avec :

$$S_{3in}^* = \begin{cases} S_{3in,1}^* = \alpha_3 X_1^* & \text{Si seule la réaction (R1) est réalisée (figure 2.1)} \\ S_{3in,2}^* = \alpha_6 X_2^* & \text{Si seule la réaction (R2) est réalisée (figure 2.1)} \\ S_{3in,total}^* = \alpha_3 X_1^* + \alpha_6 X_2^* & \text{Si les deux réactions (R1) et (R2) sont réalisées} \\ & \text{(figure 2.1)} \end{cases}$$

et

$$N_{in}^* = \begin{cases} N_{in,1}^* = N_{in} - \alpha_2 X_1^* & \text{Si seule la réaction (R1) est réalisée (figure 2.1)} \\ N_{in,2}^* = N_{in} + \alpha_7 X_2^* & \text{Si seule la réaction (R2) est réalisée (figure 2.1)} \\ N_{in,total}^* = N_{in} - \alpha_2 X_1^* + \alpha_7 X_2^* & \text{Si les deux réactions (R1) et (R2) sont réalisées} \\ & \text{(figure 2.1)} \end{cases}$$

La figure 2.2 illustre la structure cascade du système : deux réactions biologiques en parallèle (R1) et (R2), en série avec la réaction biologique (R3). Les concentrations résultantes de S_{3in}^* et N_{in}^* , dépendent ainsi des réactions se déroulant dans le milieu de digestion.

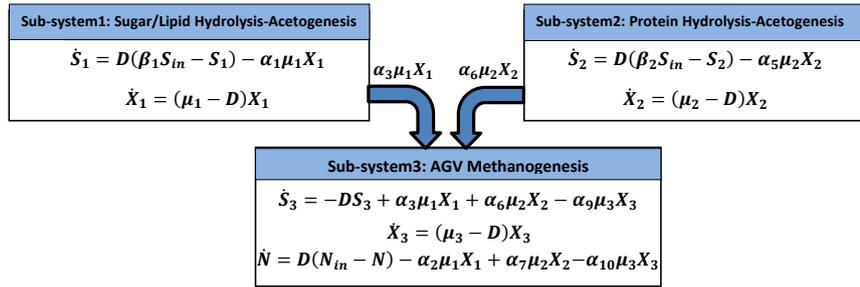


FIGURE 2.2 – La structure du système.

De (2.29) et (2.30), on déduit que :

$$N^* = A + \frac{\alpha_{10}}{\alpha_9} S_3^*, \quad \text{où } A := N_{in}^* - \frac{\alpha_{10}}{\alpha_9} S_{3in}^* \quad (2.31)$$

En remplaçant cette expression dans (2.22c), nous trouvons que S_3^* est la solution de l'équation suivante :

$$\bar{\mu}_3 \frac{S_3}{S_3 + K_{S_3} + \frac{S_3^2}{K_{I3}}} = D \frac{K_{I,nh_3} + \gamma \left(A + \frac{\alpha_{10}}{\alpha_9} S_3 \right)}{K_{I,nh_3}}$$

S_3 est donc l'intersection d'une fonction de Haldane $f(S_3)$ avec une droite de pente positive $g(S_3)$, définies comme suit :

$$f(S_3) = \bar{\mu}_3 \frac{S_3}{S_3 + K_{S_3} + \frac{S_3^2}{K_{I3}}}.$$

et

$$g(S_3) = D \frac{K_{I,nh_3} + \gamma \left(A + \frac{\alpha_{10}}{\alpha_9} S_3 \right)}{K_{I,nh_3}}.$$

Nous pouvons donc obtenir 0, 1 ou 2 point(s) d'intersection. Ainsi, il y a au plus deux équilibres positifs. Ceci est représenté schématiquement sur la figure 2.3.

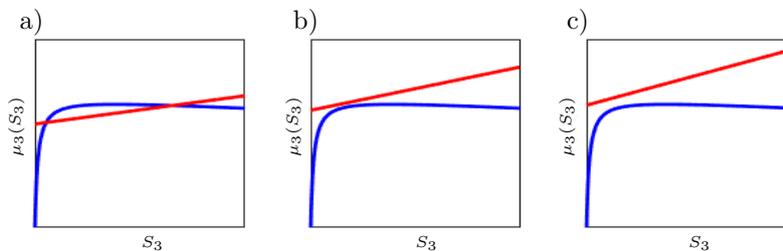


FIGURE 2.3 – Les cas possibles de la position des fonctions : $f(S_3)$ (lignes bleues) et $g(S_3)$ (lignes rouges), a) Deux intersections, b) Une intersection, c) Aucune intersection.

A partir de l'équation (2.29), nous pouvons voir que S_3^* est acceptable si et seulement si $S_3^* < S_{3in}^*$ car X_3^* doit être positif. Ainsi, la condition $f(S_{3in}^*) = g(S_{3in}^*)$ est importante pour évaluer lesquelles des solutions S_3^* sont admissibles. Selon le signe de l'équation $f(S_{3in}^*) - g(S_{3in}^*)$, nous pouvons étudier les valeurs de S_3^* par rapport à celles de S_{3in}^* . Dans le cas de deux intersections (figure 2.3-a), nous pouvons en déduire les sous-cas illustrés dans la figure 2.4.

Lorsque $f(S_{3in}^*) - g(S_{3in}^*) < 0$, nous pouvons obtenir i) aucune solution si $S_{3in}^* < S_3^{*,1} < S_3^{*,2}$ (figure 2.4, lignes pointillées vertes), ou ii) deux solutions $S_3^{*,1} > 0$ et $S_3^{*,2} > 0$ si $S_3^{*,1} < S_3^{*,2} < S_{3in}^*$ (figure 2.4, lignes pointillées cyan).

Si $f(S_{3in}^*) - g(S_{3in}^*) > 0$, une seule solution est retenue $S_3^{*,1} > 0$ (figure 2.4, lignes en pointillés magenta). La solution $S_3^{*,2}$ donne $X_3^{*,2} < 0$ car $S_3^{*,1} < S_{3in}^* < S_3^{*,2}$.

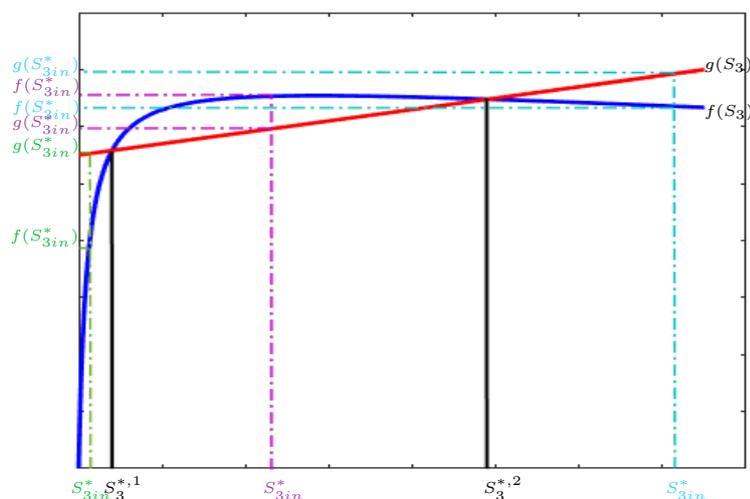


FIGURE 2.4 – Positions possibles de S_3^* par rapport à $S_3^{*,1}$ et $S_3^{*,2}$.

En remplaçant les solutions acceptables $S_3^{*,i}$ dans l'équation (2.29), nous pouvons calculer $X_3^{*,i}$ ($i = 1, 2$),

$$X_3^{*,i} = \frac{S_{3in}^* - S_3^{*,i}}{\alpha_9}$$

Par la suite, $N^{*,i}$ ($i = 1, 2$) sont obtenus à partir de l'équation (2.31) :

$$N^{*,i} = N_{in}^* - \frac{\alpha_{10}}{\alpha_9}(S_{3in}^* - S_3^{*,i})$$

$N^{*,i}$ existent si et seulement si $N_{in}^* > \frac{\alpha_{10}}{\alpha_9}(S_{3in}^* - S_3^{*,i})$.

Remarque Notons que :

$$H(S_3) = f(S_3) - g(S_3) = \frac{M(S_3)}{K_{I,nh_3}\alpha_9(S_3^2 + K_{I3}S_3 + K_{I3}K_{S_3})}$$

S_3^* peut aussi être déduite du numérateur de $H(S_3)$, noté $M(S_3)$, et défini par l'équation du troisième degré suivante :

$$M(S_3) = a_3S_3^3 + a_2S_3^2 + a_1S_3 + a_0 \quad (2.32)$$

avec :

- $a_3 = -D\gamma\alpha_{10}$
- $a_2 = -D(K_{I,nh_3}\alpha_9 + \gamma A\alpha_9 + \gamma\alpha_{10}K_{I3})$
- $a_1 = K_{I3}(K_{I,nh_3}\alpha_9(\bar{\mu}_3 - D) - D\gamma(A\alpha_9 + \alpha_{10}K_{S_3}))$
- $a_0 = -D\alpha_9K_{S_3}K_{I3}(\gamma A + K_{I,nh_3})$

En utilisant les formules de Cardan, $M(S_3)$ est résolu explicitement pour obtenir S_3^* . Dans ce cas, deux solutions au plus sont acceptables à cause de la contrainte de positivité.

2.3.2 Calcul des équilibres

Huit cas satisfont les équations (2.19a)–(2.19g). Ils sont rapportés dans le tableau 2.1

TABLEAU 2.1 – Les cas possibles pour le calcul des équilibres.

Cas	Condition		
Cas1	$X_1 = 0$	$X_2 = 0$	$X_3 = 0$
Cas2	$X_1 = 0$	$\mu_2(S_2, X_2) = D$	$X_3 = 0$
Cas3	$X_1 = 0$	$\mu_2(S_2, X_2) = D$	$\mu_3(S_3, N) = D$
Cas4	$\mu_1(S_1, X_1) = D$	$X_2 = 0$	$X_3 = 0$
Cas5	$\mu_1(S_1, X_1) = D$	$X_2 = 0$	$\mu_3(S_3, N) = D$
Cas6	$\mu_1(S_1, X_1) = D$	$\mu_2(S_2, X_2) = D$	$X_3 = 0$
Cas7	$\mu_1(S_1, X_1) = D$	$\mu_2(S_2, X_2) = D$	$\mu_3(S_3, N) = D$
Cas8	$X_1 = 0$	$X_2 = 0$	$\mu_3(S_3, N) = D$

En raison de l'absence de la concentration d'entrée des Acides Gras Volatils (S_{3in}) dans le modèle, le cas 8 est biologiquement exclu : il ne sera donc pas considéré.

Proposition 2.1.

Le système (2.4)-(2.10) écrit dans les variables $[S_1, S_2, S_3, X_1, X_2, X_3, N]$ admet au plus 10 points d'équilibre :

$E_1 = (\beta_1 S_{in}, \beta_2 S_{in}, 0, 0, 0, 0, N_{in})$, équilibre du lessivage qui existe toujours.

$E_2 = (\beta_1 S_{in}, S_2^*, S_3^*, 0, X_2^*, 0, N^*)$, qui existe si et seulement si $D < \bar{\mu}_2$.

$E_3^1 = (\beta_1 S_{in}, S_2^*, S_3^{*,1}, 0, X_2^*, X_3^{*,1}, N^{*,1})$, qui existe si et seulement si $D < \bar{\mu}_2$ et $X_3^{*,1} > 0$ et $\alpha_6 X_2^* > \alpha_9 X_3^{*,1}$ et $N_{in} + \alpha_7 X_2^* > \alpha_{10} X_3^{*,1}$.

$E_3^2 = (\beta_1 S_{in}, S_2^*, S_3^{*,2}, 0, X_2^*, X_3^{*,2}, N^{*,2})$, qui existe si et seulement si $D < \bar{\mu}_2$ et $X_3^{*,2} > 0$ et $\alpha_6 X_2^* > \alpha_9 X_3^{*,2}$ et $N_{in} + \alpha_7 X_2^* > \alpha_{10} X_3^{*,2}$.

$E_4 = (S_1^*, \beta_2 S_{in}, S_3^*, X_1^*, 0, 0, N^*)$, qui existe si et seulement si $D < \bar{\mu}_1$ et $N_{in} - \alpha_2 X_1^* > 0$.

$E_5^1 = (S_1^*, \beta_2 S_{in}, S_3^{*,1}, X_1^*, 0, X_3^{*,1}, N^{*,1})$, qui existe si et seulement si $D < \bar{\mu}_1$ et $X_3^{*,1} > 0$ et $\alpha_3 X_1^* > \alpha_9 X_3^{*,1}$ et $N_{in} - \alpha_2 X_1^* > \alpha_{10} X_3^{*,1}$.

$E_5^2 = (S_1^*, \beta_2 S_{in}, S_3^{*,2}, X_1^*, 0, X_3^{*,2}, N^{*,2})$, qui existe si et seulement si $D < \bar{\mu}_1$ et $X_3^{*,2} > 0$ et $\alpha_3 X_1^* > \alpha_9 X_3^{*,2}$ et $N_{in} - \alpha_2 X_1^* > \alpha_{10} X_3^{*,2}$.

$E_6 = (S_1^*, S_2^*, S_3^*, X_1^*, X_2^*, 0, N^*)$, qui existe si et seulement si $D < \bar{\mu}_1$ et $D < \bar{\mu}_2$ et $N_{in} - \alpha_2 X_1^* + \alpha_7 X_2^* > 0$.

$E_7^1 = (S_1^*, S_2^*, S_3^{*,1}, X_1^*, X_2^*, X_3^{*,1}, N^{*,1})$, qui existe si et seulement si $D < \bar{\mu}_1$ et $D < \bar{\mu}_2$ et $X_3^{*,1} > 0$ et $\alpha_3 X_1^* + \alpha_6 X_2^* > \alpha_9 X_3^{*,1}$ et $N_{in} - \alpha_2 X_1^* + \alpha_7 X_2^* > \alpha_{10} X_3^{*,1}$.

$E_7^2 = (S_1^*, S_2^*, S_3^{*,2}, X_1^*, X_2^*, X_3^{*,2}, N^{*,2})$, qui existe si et seulement si $D < \bar{\mu}_1$ et $D < \bar{\mu}_2$ et $X_3^{*,2} > 0$ et $\alpha_3 X_1^* + \alpha_6 X_2^* > \alpha_9 X_3^{*,2}$ et $N_{in} - \alpha_2 X_1^* + \alpha_7 X_2^* > \alpha_{10} X_3^{*,2}$.

Preuve. Le point d'équilibre $\xi^* = (S_1^*, S_2^*, S_3^*, X_1^*, X_2^*, X_3^*, N^*)$ doit être une solution du système (2.19a-2.19g). A partir de l'équation (2.19d), nous avons

- $X_1^* = 0$; par conséquent, en utilisant (2.19a), nous obtenons $S_1^* = \beta_1 S_{in}$
- ou S_1^* et X_1^* doivent satisfaire l'équation $\mu_1(S_1, X_1) = D$; alors, en utilisant (2.19a), nous obtenons S_1^* et X_1^* solutions de (2.20a-2.20b). Alors, S_1^* et X_1^* sont donnés par (2.25) et (2.24), respectivement.

De même, à partir de l'équation (2.19e), nous déduisons que

- $X_2^* = 0$; alors, en utilisant (2.19b), nous obtenons $S_2^* = \beta_2 S_{in}$
- ou S_2^* et X_2^* doivent satisfaire l'équation $\mu_2(S_2, X_2) = D$; alors, en utilisant (2.19b), nous obtenons S_2^* et X_2^* solutions de (2.21a-2.21b). Donc, S_2^* et X_2^* sont donnés par (2.28) et (2.27), respectivement.

D'autre part, à partir de l'équations (2.19f), nous déduisons que

- $X_3^* = 0$; alors, en utilisant (2.19c) et (2.19g), nous obtenons S_3^* et N^* en fonction de S_1^* , X_1^* , S_2^* et X_2^*
- ou S_3^* et N^* doivent satisfaire l'équation $\mu_3(S_3, N) = D$; alors, en utilisant (2.19c) et (2.19g), nous obtenons S_3^* , X_3^* et N^* solutions de (2.22a-2.22c). Donc, X_3^* et N^* sont donnés par (2.29) et (2.30), respectivement, où S_3^* est une solution de l'équation (2.32)

satisfaisant la condition $S_3^* < S_{3in}^*$.

Huit cas doivent être distingués comme le montre le tableau 2.1. Le cas $X_1 = 0, X_2 = 0$ et $X_3 \neq 0$ ne peut pas se produire puisque selon (2.19f) nous devrions avoir $\mu_3 = D$ et donc, en utilisant (2.19c), nous aurons

$$DS_3^* + \alpha_9 X_3^* = 0$$

ce qui n'est pas possible (propriété de positivité des systèmes biologiques n'est pas remplie). Le reste de la preuve est illustré dans la figure 2.5, qui résume les différents cas correspondant aux équilibres du système. □

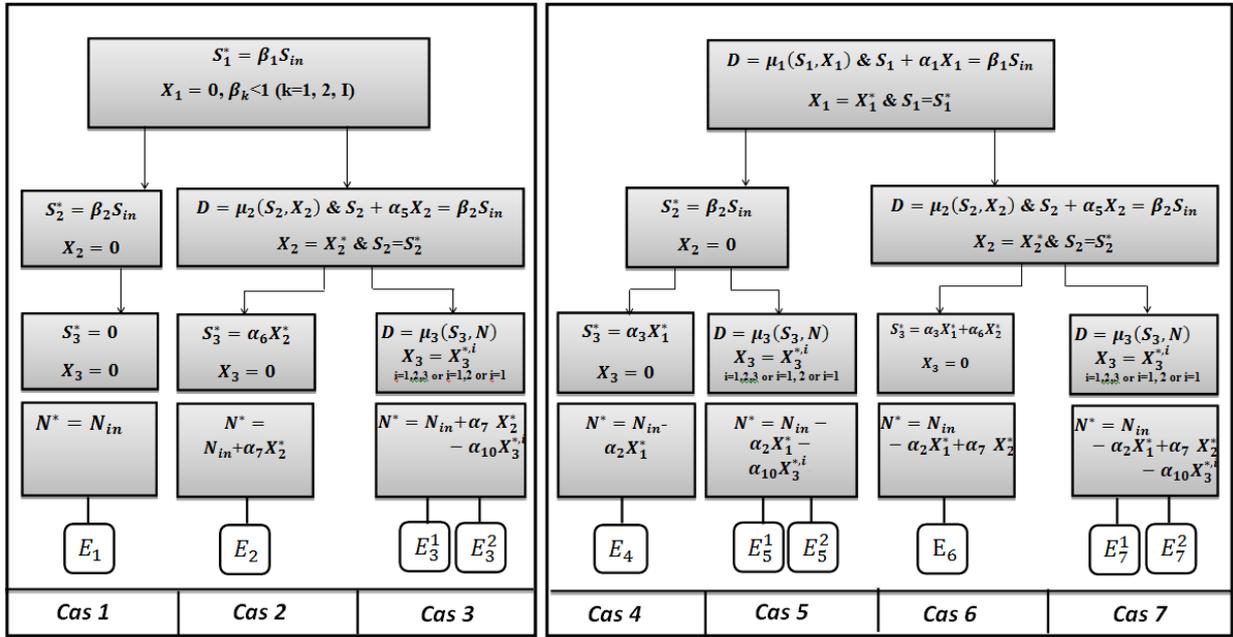


FIGURE 2.5 – Diagramme résumant les équilibres du système (2.4)-(2.10). Le système admet au plus 10 points d'équilibre, voir Proposition 2.1.

2.4 Etude numérique du modèle en fonction des paramètres opératoires

Les équilibres du modèle MAD dépendent des valeurs des paramètres opératoires D, S_{in}, N_{in} (figure 2.5). Ces entrées influencent fortement leur stabilité et donc le fonctionnement du processus.

Afin d'étudier la stabilité des équilibres du modèle MAD, nous évaluons la matrice jacobienne en chaque point d'équilibre. Notons que si nous écrivons le système dans les variables $[S_1, X_1, S_2,$

$X_2, S_3, X_3, N]$, la matrice jacobienne prend une forme triangulaire par blocs :

$$J = \begin{pmatrix} A & 0_{2 \times 2} & 0_{2 \times 3} \\ 0_{2 \times 2} & B & 0_{2 \times 3} \\ E & F & C \end{pmatrix}$$

Dans le cas où seule une ou deux bactéries au plus, existent, la nature des équilibres peut être étudiée analytiquement. Les valeurs propres de la matrice jacobienne sont en effet l'ensemble de toutes les valeurs propres des matrices carrées A, B et C. A et B sont des matrices d'ordre 2 (dimension 2×2) alors que la matrice C est d'ordre 3 (dimension 3×3). Pour étudier sa stabilité, nous utilisons le critère de Routh-Hurwitz (voir annexe A).

Lorsque tous les groupes bactériens coexistent, l'étude analytique des conditions de stabilité des équilibres devient très compliquée et nous devons recourir à des outils numériques pour déterminer la nature des équilibres.

Ci-après, nous étudions numériquement la stabilité des équilibres selon les valeurs des paramètres opératoires. Considérant une large gamme des valeurs des paramètres de contrôle, nous construisons le Diagramme Opératoire (DO) (voir annexe B) du modèle MAD. Ce diagramme nous permet de voir comment les paramètres de contrôle influencent le nombre et la nature des équilibres du système [162, 163].

Nous fixons l'entrée de l'azote inorganique à la valeur moyenne prise dans les expérimentations soit $N_{in} = 0.011 M$ [117]. Ensuite, nous calculons les équilibres et la matrice jacobienne correspondante, pour une gamme donnée de paramètres d'entrée D et S_{in} . Pour chacun des 10 équilibres, on associe deux propriétés exprimant son existence et, le cas échéant, la nature de sa stabilité locale. Cela permet d'établir un ensemble de combinaisons pour chaque paire (D, S_{in}) rapportées dans le tableau 2.3.

Chaque combinaison définit alors une région colorée \mathcal{J}_n (où n est le nombre total de combinaisons possibles) du diagramme opératoire.

Toutes les concentrations des variables d'état sont exprimées en $(gDCO.L^{-1})$, sauf le carbone inorganique et l'azote mesurés en mole (M). Les taux de croissance et le taux de dilution sont tous les deux mesurés en (j^{-1}) . Les valeurs nominales des paramètres du modèle MAD proposées dans [117] sont rappelées dans le tableau 2.2.

TABLEAU 2.2 – Valeurs nominales des paramètres proposées dans Mairet *et coll.* [117].

Paramètre				Unité
$\beta_1 = 0.3$	$\beta_2 = 0.4$	$\beta_I = 0.3$	$\alpha_1 = 12.5$	$gDCO.gDCO^{-1}$
$\alpha_3 = 11.5$	$\alpha_5 = 9.1$	$\alpha_6 = 8.1$	$\alpha_9 = 20$	
$K_{S_1} = 2.11$	$K_{S_2} = 0.056$			
$\alpha_2 = 0.0062$	$\alpha_4 = 0.03$	$\alpha_7 = 0.054$	$\alpha_8 = 0.03$	$M.gDCO^{-1}$
$\alpha_{10} = 0.0062$	$\alpha_{11} = 0.30$	$\alpha_{12} = 0.20$		
$\bar{\mu}_1 = 0.30$	$\bar{\mu}_2 = 0.053$	$\bar{\mu}_3 = 0.14$	$K_L a = 5$	j^{-1}
$K_{S_3} = 0.02$	$K_{I_3} = 16.4$			$gDCO.L^{-1}$
$K_C = 4.9e-7$	$K_N = 1.1e-9$	$K_{I,nh_3} = 0.0018$		M
$V_{liq} = 1$	$V_{gas} = 0.1$			L
$K_{H,CO_2} = 2.7e-2$				$M.bar^{-1}$
$k_p = 5e4$				$L.j^{-1}.bar^{-1}$
$R = 8.31e-2$				$bar.M^{-1}.K^{-1}$
$T_{op} = 308.15$				K

L'un des principaux intérêts du diagramme opératoire est de mettre en évidence quels équilibres sont stables pour une paire de contrôles (D, S_{in}) donnée. Afin de limiter le nombre de régions distinctes tracées dans un DO, nous avons regroupé les régions qui étaient très similaires, car différent uniquement par l'existence d'un point d'équilibre instable. A un pH neutre, c'est par exemple le cas de \mathcal{J}_5 où E_3^1 et E_5^1 sont instables s'ils existent (notés X dans tableau 2.6).

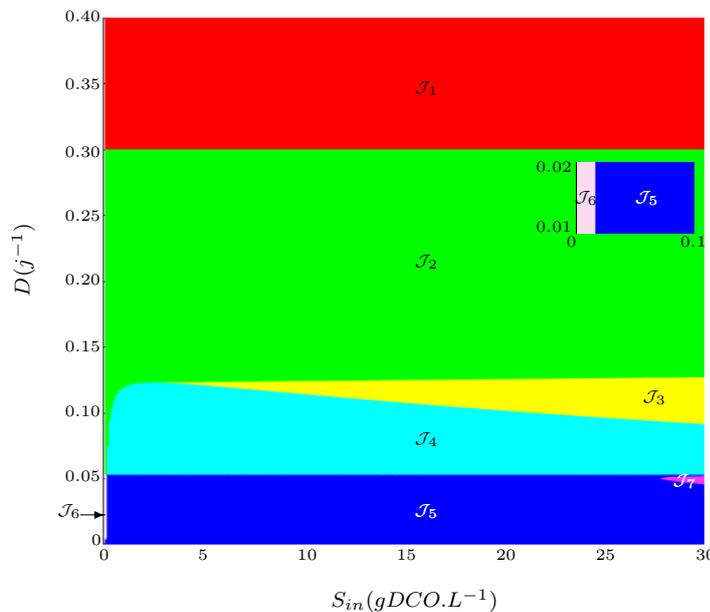


FIGURE 2.6 – Diagramme opératoire montrant le comportement des équilibres selon D et S_{in} à $pH = 7$, $N_{in} = 0.011M$. La zone \mathcal{J}_6 est très petite car elle n'apparaît que pour des valeurs minimales de S_{in} .

TABLEAU 2.3 – Existence et nature des équilibres en fonction de S_{in} et D à $pH = 7$: Instable (I), Stable (S), Instable ou n'existe pas (X), l'équilibre n'existe pas (aucun signe).

Région	E_1	E_2	E_3^1	E_3^2	E_4	E_5^1	E_5^2	E_6	E_7^1	E_7^2
\mathcal{J}_1	S									
\mathcal{J}_2	I				S					
\mathcal{J}_3	I				S	S	I			
\mathcal{J}_4	I				I	S				
\mathcal{J}_5	I	I	X		I	X		I	S	
\mathcal{J}_6	I	I			I			S		
\mathcal{J}_7	I	I	I		I	I		S	S	I

La figure 2.6 met en évidence sept zones. En effet, sept combinaisons possibles d'équilibres peuvent être obtenues lorsque le pH prend une valeur neutre (voir tableau 2.3).

La transition d'une région à l'autre, suite à une modification des entrées du modèle (de S_{in} et/ou D), présente une bifurcation (apparition, disparition ou coalescence d'équilibres).

Par exemple, en lisant la figure 2.6 de bas en haut, une augmentation de D pour une valeur fixe de la charge organique ($S_{in} = 28.5 \text{ gDCO.L}^{-1}$) conduit à l'apparition de plusieurs régions : \mathcal{J}_5 , \mathcal{J}_7 , \mathcal{J}_4 et \mathcal{J}_3 mettant respectivement en évidence certains changements dans la nature des équilibres (comme indiqué dans le tableau 2.3). Lorsque D est très bas ($D < 0.04$), nous obtenons la zone (\mathcal{J}_5) où seul l'équilibre de fonctionnement E_7^1 est stable. Une légère augmentation de D ($0.04 < D < 0.05$) conduit à la zone (\mathcal{J}_7) : l'équilibre E_6 change sa nature et devient stable.

Une zone (\mathcal{J}_6) apparaît lorsque S_{in} et D sont très petits ($0.01 < D < 0.05$). Dans cette zone l'équilibre E_6 est stable : le consortium X_3 est inhibé en raison de la carence en azote.

Toutefois, si D appartient à la gamme ($0.05 < D < 0.07$), le réacteur opère dans la zone (\mathcal{J}_4) : le consortium X_2 est lessivé et E_5^1 est stable. Une augmentation de D de $0.02 j^{-1}$ mène à la zone \mathcal{J}_3 : E_4 change sa nature, E_5^1 reste toujours stable et l'équilibre E_5^2 apparaît.

Lorsque D est de l'ordre de 0.12, les deux derniers équilibres disparaissent et E_4 persiste dans une nouvelle zone \mathcal{J}_2 . E_4 disparaît lorsque le taux de dilution devient très important ($D \geq 0.3$), donnant lieu à la zone \mathcal{J}_1 où seul l'équilibre E_1 est stable. Cela est dû à la bifurcation des équilibres.

Cinq combinaisons sur sept présentent un équilibre stable : E_7^1 (\mathcal{J}_5) ou E_6 (\mathcal{J}_6) lorsque les trois réactions se produisent simultanément ($D < \min(\bar{\mu}_1, \bar{\mu}_2, \bar{\mu}_3)$) et E_5^1 (\mathcal{J}_4) lorsque D dépasse $\bar{\mu}_2$ (seules les réactions (R1) et (R3) seront effectives) et E_4 (\mathcal{J}_2) quand D est supérieur à $\bar{\mu}_3$ (seule la réaction (R1) a lieu). Lorsqu'aucune réaction ne se produit ($D > \max(\bar{\mu}_1, \bar{\mu}_2, \bar{\mu}_3)$), l'équilibre de lessivage E_1 (\mathcal{J}_1) devient stable.

Les zones \mathcal{J}_3 et \mathcal{J}_7 présentent des bi-stabilités du système, où la solution peut tendre vers l'équilibre intérieur ou vers l'équilibre de frontière (équilibre d'acidification), en fonction de la concentration initiale des méthanogènes (X_{30}). De telles zones de fonctionnement apparaissent lorsque le taux de dilution (D) et/ou la charge organique (S_{in}) prennent des valeurs assez importantes.

Dans l'ensemble, la transition de la zone opérationnelle \mathcal{J}_5 à \mathcal{J}_4 , puis de \mathcal{J}_4 à \mathcal{J}_2 et de \mathcal{J}_2 à \mathcal{J}_1 implique le lessivage des bactéries X_2 , X_3 et X_1 , respectivement. Le lessivage total des microorganismes est alors indiqué par la zone \mathcal{J}_1 , obtenue pour de grandes valeurs du taux de dilution. Il est cependant clair que de petites valeurs de S_{in} induisent l'extinction des méthanogènes par le manque d'azote alors que des valeurs plus élevées de S_{in} conduisent à une bi-stabilité qui présente un risque de lessivage. Ainsi, le lessivage peut être causé soit par un fort taux de dilution, une faible charge organique ou par une surcharge organique.

Par mode de fonctionnement "normal", nous entendons le fonctionnement du système en présence de toute les bactéries (coexistence de X_1 , X_2 et X_3), c'est-à-dire l'équilibre " E_7^1 ".

D'après la figure 2.6, la région \mathcal{J}_5 peut être définie comme une zone de fonctionnement normale. Les zones \mathcal{J}_6 et \mathcal{J}_4 correspondent au fonctionnement du procédé avec le lessivage de X_3 et X_2 , respectivement. La zone \mathcal{J}_2 prédit le lessivage de X_2 et X_3 , et seul le consortium X_1 existe. Toutes les bactéries sont lessivées dans la zone \mathcal{J}_1 qui présente un risque élevé de déstabilisation du système.

Ainsi, le diagramme opératoire est un bon outil pour qualifier le risque d'échec du processus. Il fournit des informations importantes sur les propriétés qualitatives du modèle et les conditions favorables de fonctionnement.

Une question intéressante est de déterminer dans quelle mesure la zone où la production de biogaz est maximum admet un équilibre stable unique. Autrement dit, le débit de biogaz pourrait-il être maximal en un point d'équilibre instable localement ?

En toute logique, il est évident que le biogaz n'est produit que lorsque les bactéries méthanogènes (X_3) sont bien présentes dans le bioréacteur, ce qui exclut les équilibres E_1 , E_2 , E_4 et E_6 (débit nul quelque soit leur nature).

En plus, la production du biogaz pourrait être maximale en présence des deux autres groupes bactériens X_1 et X_2 . En d'autre terme, on espère avoir une production optimale du biogaz

lorsque le système est opérationnel autour de l'équilibre E_7^1 dans la zone de fonctionnement normal \mathcal{J}_5 , ou autour des équilibres E_7^1 ou E_7^2 dans la zone de bi-stabilité \mathcal{J}_7 .

Cependant, le risque de fonctionnement autour de l'équilibre E_6 dans la zone \mathcal{J}_7 rappelle l'importance du contrôle automatique du système, où la mise en oeuvre d'une boucle de régulation serait alors nécessaire pour éviter cet équilibre.

L'évaluation des performances du système en termes de production de biogaz sera réalisée dans la section 2.4.2.

2.4.1 Phénomènes de bifurcation

Afin de souligner l'origine des bistabilités mises en évidence, nous présentons le comportement de S_3 , X_3 et N . lorsque la figure 2.6 est parcourue verticalement pour une charge organique constante ou horizontalement pour une valeur fixe du taux de dilution.

La figure 2.7 montre le comportement des composants des équilibres existants, dont la nature change en fonction des variations du taux de dilution.

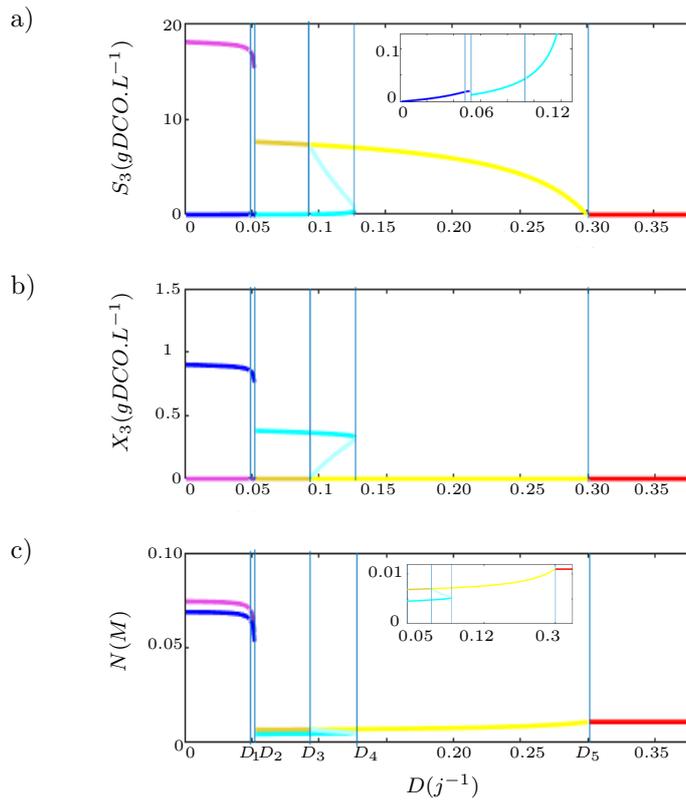


FIGURE 2.7 – Les composants des équilibres en fonction de la variations de D à $pH = 7$, $S_{in} = 28.5 \text{ gDCO.L}^{-1}$ et $N_{in} = 0.011M$.

■ E_6 instable ■ E_7^1 stable ■ E_6 stable ■ E_4 instable
■ E_5^1 stable ■ E_4 stable ■ E_1 stable ■ E_5^2 instable

Les valeurs critiques de D sont définies par : $D_1 = 0.040$, $D_2 = \bar{\mu}_2$, $D_3 = 0.09$, $D_4 \approx \bar{\mu}_3$, $D_5 = \bar{\mu}_1$, avec

- $S_{3in,total}^*(D_1) = S_3^{i,*}(D_1)$, avec $S_3^{i,*} = \alpha_3 X_1^* + \alpha_6 X_2^* - \alpha_9 X_3^{i,*}$ ($i = 1, 2$) donc $X_3^{i,*}(D_1) = 0$ (cas 7, figure 2.5),
- $D_2 = \mu_2(\beta_2 S_{in}, 0)$,
- $S_{3in,1}^*(D_3) = S_3^{i,*}(D_3)$, avec $S_3^{i,*} = \alpha_3 X_1^* - \alpha_9 X_3^{i,*}$ ($i = 1, 2$), donc $X_3^{i,*}(D_3) = 0$ (cas 5, figure 2.5),
- $D_4 = \mu_3(0, 0)$,
- $D_5 = \mu_1(\beta_1 S_{in}, 0)$.

Comme nous pouvons le voir sur la figure 2.7, une variation minime du taux de dilution peut entraîner un changement significatif de la nature de certains équilibres du modèle MAD, et influencer les performances du réacteur.

Pour une valeur fixe de la charge organique (S_{in}), l'augmentation du taux de dilution (D) peut entraîner une diminution de la concentration des consortiums bactériens X_3 des équilibres stables (figure 2.7-b). Cela conduit à l'accumulation des substrats S_1 et S_2 , puis à une production importante d'AGVs (S_3) dérivés de la réaction (R1) et/ou (R2) (voir le zoom en haut de la figure 2.7-a). Ceci a pour effet d'augmenter la quantité de la forme ionisée et non ionisée des AGVs dans le milieu de digestion. Les deux formes sont présentes avec des concentrations équilibrées parce que le pH est supposé neutre. Dans de tels cas, une inhibition partielle des bactéries méthanogènes (X_3) se produit par accumulation d'AGVs. Donc la réaction 3 (R3) est influencée : augmentation de S_3 accompagnée d'une chute significative de la concentration de X_3 .

Ce risque d'inhibition devient plus sévère lorsque la charge organique (S_{in}) augmente. Cette dernière conduit à une quantité élevée de l'ammoniaque libéré. Cela explique l'apparition des zones (\mathcal{J}_3) et (\mathcal{J}_7) où les équilibres E_4 , E_5^1 et E_6 , E_7^1 sont stables, respectivement.

Il est clair de la figure 2.7-c que la concentration de l'azote des équilibres stables (N^*) dépend de la valeur de D . Les valeurs de l'azote à l'équilibre N^* sont plus importantes lorsque D est inférieur au taux de croissance maximal de X_2 ($\bar{\mu}_2$). Ceci est dû à la sécrétion importante de l'ammoniaque provenant de la dégradation des protéines (R2). Ce phénomène ne peut être observé au-delà de $\bar{\mu}_2$ car, dans ce cas, le réacteur ne contient que N_{in} comme source de l'azote. Ainsi, lorsque $D < \bar{\mu}_2$, la concentration de N^* décroît pour satisfaire les besoins bactériens élevés. Cependant, lorsque $D > \bar{\mu}_2$, les besoins bactériens diminuent parce que le TSH est plus faible. Donc la consommation d'azote diminue et sa concentration N^* augmente progressivement à une valeur d'environ 0.011 M (voir le zoom en haut à droite de la figure 2.7-c). Une telle quantité d'azote s'avère suffisante pour satisfaire les besoins bactériens et relativement faible pour causer des inhibitions.

Cela révèle que l'augmentation de la dilution contribue à réduire la concentration de l'azote. Mais diluer le milieu réactionnel peut entraîner des risques de défaillance par accumulation des AGVs (S_3) (voir zoom figure 2.7-a) et non pas par excès d'ammoniaque dérivé de l'azote. Et donc optimiser le profil d'alimentation du bioréacteur à savoir les débits d'entrée et de sortie permettra de contourner ce problème et d'éviter les risques de toxicité et d'inhibition qui se présentent.

Les figures 2.8 et 2.9 présentent le comportement des composants des équilibres existants, dont la nature varie en fonction de la charge organique totale (S_{in}), dans le cas où D est inférieur et supérieur à $\bar{\mu}_2$, respectivement. Nous notons S_{in1} et S_{in2} les seuils critiques d'inhibition de la charge organique.

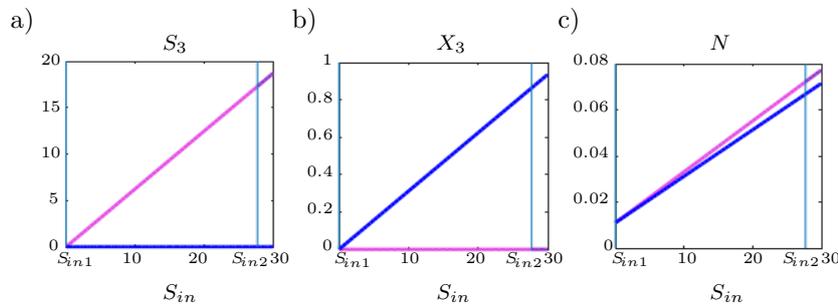


FIGURE 2.8 – Les composants des points d'équilibre en fonction de S_{in} à $pH = 7$, $D = 0.0301j^{-1}$ et $N_{in} = 0.011M$.

Les valeurs critiques de la charge organique sont définies par : $S_{in1} = 0.02 \text{ gDCO.L}^{-1}$ et $S_{in2} = 28.5 \text{ gDCO.L}^{-1}$, avec

- $S_{3in,total}^*(S_{in1}) > S_3^{i,*}(S_{in1})$, donc $X_3^{i,*}(S_{in1}) > 0$ (cas 7, Figure 2.5).
- $S_{3in,total}^*(S_{in2}) = S_3^{i,*}(S_{in2})$, donc $X_3^{i,*}(S_{in2}) = 0$ (cas 7, Figure 2.5).

Pour une valeur fixe de $D < \bar{\mu}_2$, l'augmentation de la charge organique donne des concentrations importantes des substrats S_1 et S_2 dans le milieu. La concentration des bactéries et de l'azote inorganique N^* des équilibres stables augmentent (E_6 avant S_{in1} , E_7^1 avant S_{in2} et E_6/E_7^1 au delà de S_{in2}). Cela peut être considéré comme un comportement non souhaitable car aucune inhibition n'est observée même en présence d'une concentration élevée de l'azote et des AGVs.

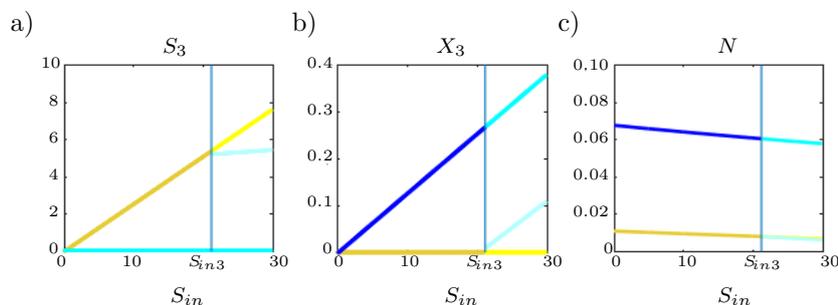


FIGURE 2.9 – Les composants des points d'équilibre en fonction des variations de S_{in} à $pH = 7$, $D = 0.101j^{-1}$ et $N_{in} = 0.011M$.

Si D est fixé à une valeur constante supérieure à $\bar{\mu}_2$ (telle que X_2 est lessivé), la valeur critique de la charge organique est d'environ $S_{in3} = 21.5 \text{ gDCO.L}^{-1}$, avec

- $S_{3in,1}^*(S_{in3}) = S_3^{i,*}(S_{in3})$, donc $X_3^{i,*}(S_{in3}) = 0$ (cas 5, Figure 2.5).

Dans ce cas, l'augmentation de S_{in} entraîne une augmentation de la concentration de S_3 et une décroissance de la concentration de N des équilibres stables (E_5^1 avant S_{in3} et E_4/E_5^1 au delà de S_{in3}). Par conséquent, la concentration de X_3 augmente en consommant S_3 et l'azote provenant de N_{in} .

Ces résultats montrent qu'une petite modification des paramètres de contrôle peut conduire à une modification remarquable du comportement de MAD : un choix judicieux des valeurs de ces paramètres est donc fortement recommandé pour éviter la déstabilisation du procédé de digestion.

2.4.2 Rendement du biogaz

Le débit de biogaz est défini dans Mairet *et coll.* [117] par l'équation (2.18). A l'équilibre, le débit du biogaz est modélisé comme suit :

$$q_{gas}^* = k_p(P_{CH_4}^* + P_{CO_2}^* - P_{atm}) \quad (2.33)$$

où $P_{CO_2}^*$ et $P_{CH_4}^*$ peuvent être calculés en annulant le côté gauche des équations (2.11), (2.12) et (2.13). A partir de la première équation, nous pouvons définir C^* dans le cas général selon les entrées et les sorties du modèle :

$$C^{*i} = C_{in} + \alpha_4 X_1^* + \alpha_8 X_2^* + \alpha_{12} X_3^{*i} - \frac{\rho_{CO_2}}{D} \quad (2.34)$$

En remplaçant (2.16), (2.17) et (2.33) dans les deux équations (2.12) et (2.13), nous obtenons le sous-système de deux équations suivant :

$$\begin{cases} -k_p P_{CO_2}^2 - P_{CO_2}(k_p P_{CH_4} - k_p P_{atm} + k_L a K_{H,CO_2} V_{liq} RT_{op}) + \frac{h}{K_C + h} k_L a V_{liq} \dots \\ \dots RT_{op} C^*(X_1^*, X_2^*, X_3^*, P_{CO_2}, P_{CH_4}) = 0 \\ -k_p P_{CH_4}^2 - k_p P_{CH_4}(P_{CO_2} - P_{atm}) + \alpha_{11} \mu_3 X_3^{*i} V_{liq} RT_{op} = 0 \end{cases} \quad (2.35)$$

Les solutions de (2.35) permettent le calcul du flux de biogaz à l'équilibre. Nous avons calculé le débit de biogaz en tous les équilibres du système quelle que soit leur nature, c'est-à-dire qu'ils soient stables ou instables. De faibles débits sont obtenus lorsque le calcul est établi autour des équilibres instables en comparaison aux débits évalués autour des équilibres stables et présentés sur la figure 2.10. Notons qu'en cas de bistabilités, nous n'avons considéré que le point d'équilibre intérieur lors du calcul.

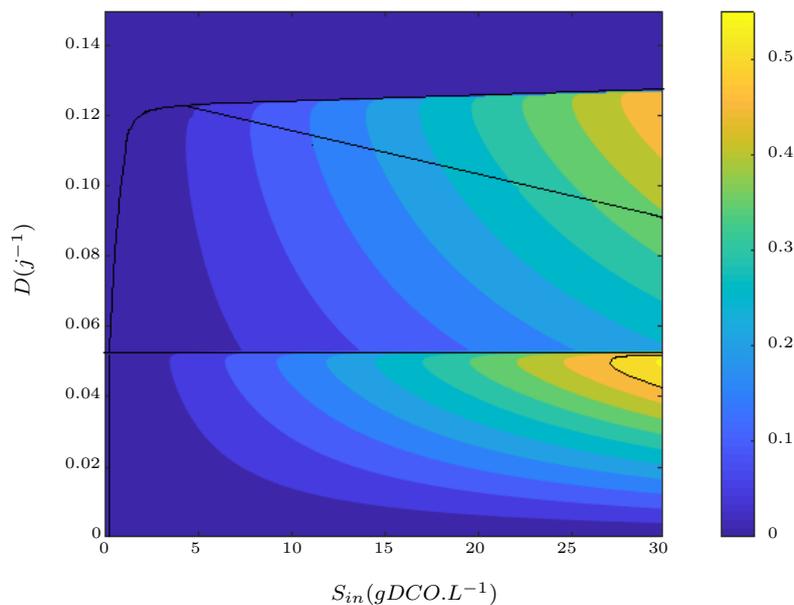


FIGURE 2.10 – Le débit de biogaz en fonction des changements de D et S_{in} à $pH = 7$, $N_{in} = 0.011M$.

Le débit biogaz illustré dans la figure 2.10 dépend fortement de la valeur des paramètres de contrôle. Pour une valeur fixe de la concentration d'entrée en azote N_{in} , une production importante du biogaz est observée lorsque la dilution est inférieure au taux de croissance maximal de X_2 ($\bar{\mu}_2$). Une augmentation significative du rendement est constatée lorsque la charge organique S_{in} est de plus en plus élevée (bleu à jaune clair).

Si nous nous référons à la figure 2.6, cela correspond aux deux zones où toutes les bactéries coexistent : la zone de fonctionnement que nous avons définie comme “normale” \mathcal{J}_5 et la zone de bistabilité \mathcal{J}_7 . Le maximum de biogaz est alors obtenu dans la région jaune clair qui désigne la zone \mathcal{J}_7 où les équilibres E_7^1 et E_6 sont stables.

Lorsque D est supérieur à $\bar{\mu}_2$, moins de production de biogaz est observée ce qui s'explique par le fait que nous opérons dans la zone \mathcal{J}_4 où la communauté X_2 est lessivée. De même, la production du biogaz s'améliore à des S_{in} assez grands (jaune foncé), ce qui correspond à la zone de bistabilité \mathcal{J}_3 (figure 2.6) dans laquelle E_5^1 et E_4 sont stables et où un fonctionnement autour de l'équilibre intérieur assure un rendement satisfaisant en biogaz. En outre, aucune production de biogaz n'est observée au-delà des zones \mathcal{J}_4 et \mathcal{J}_3 (pour $D > 0.12$) dans lesquelles les bactéries méthanogènes sont lessivées.

En conclusion, le mode de fonctionnement “optimal”, *i.e.*, dans lequel aucune inhibition des microorganismes n'est observée et présentant une production maximale du biogaz, est garanti dans la zone \mathcal{J}_7 lorsque le système tend vers le point de fonctionnement “normal” et non pas vers l'équilibre d'acidification. En d'autre terme : le rendement du biogaz est optimal lorsque le système opère autour de l'équilibre de coexistence E_7^1 où toute les bactéries existent.

Une analyse mathématique d'un modèle de DA sans inhibition décrivant une relation de syntrophie entre deux espèces microbiennes a révélé que le rendement optimal est obtenu autour de l'équilibre de coexistence [50], ce qui concorde avec nos résultats. Cependant, cet auteur a

démontré que l'équilibre de coexistence dans ce cas est globalement stable à la différence de nos résultats qui montrent que cet équilibre ne garantit un rendement optimal que lorsqu'il est localement stable ($E_7^1 \in \mathcal{J}_7$) ; Ce qui n'a pas été trouvé auparavant dans les études de la littérature, du moins à notre connaissance.

D'après Weederman *et coll.* [168], lorsqu'on opère à une valeur de dilution à laquelle le rendement en biogaz est maximum deux risques se présentent : i) une légère augmentation de D pourrait entraîner une diminution significative de la production du biogaz ce qui est le cas si $D > 0.05 j^{-1}$; et/ou ii) un petit changement au niveau des conditions de fonctionnement conduira à des rendements sous-optimaux ou à des rendements nuls dans le cas d'une bistabilité où le fonctionnement est condition-initiale dépendant.

Ainsi, dans la zone de bistabilité \mathcal{J}_7 potentiellement risquée par la convergence vers l'équilibre E_6 , nous devons accorder une grande attention au choix de X_{30} pour opérer autour de l'équilibre de coexistence E_7^1 .

L'importance de la condition initiale dans la détermination de la coexistence ou de l'extinction des espèces a été également soulignée par El Hajji [78]. Ce dernier a ainsi évoqué la notion du bassin d'attraction : l'évaluation de la taille des bassins d'attraction notamment celui de l'équilibre intérieur pourra représenter une bonne solution pour éviter l'acidification du milieu. D'autres approches peuvent également être empruntées tel que le calcul de la marge de stabilité et de l'indice de risque de déstabilisation définis par Benyahia [32], ou bien le recours à des lois de commande stabilisantes permettant d'éviter l'inhibition des bactéries, d'une part, et d'assurer une production optimale de biogaz, d'autre part.

2.4.3 Influence du pH sur le modèle

Le pH joue un rôle clé dans la digestion anaérobie. Il résulte de l'équilibre des ions du milieu. Le pH peut subir une augmentation brutale lors du traitement des matières protéiques, riches en azote, notamment à faible pouvoir tampon. A des valeurs élevées, le pH favorise la libération de l'ammoniaque libre, toxique pour les méthanogènes alors qu'à de faibles valeurs la formation des acides libres est importante et les bactéries sont inhibées par accumulation d'AGVs.

Les résultats de simulation et d'expérience présentés dans Mairet *et coll.* [117] montrent que le pH peut varier entre 6.5 et 7.5, durant la digestion des microalgues "*chlorella vulgaris*".

Pour étudier l'influence du pH sur la DA de tels substrats riches en protéines, nous établissons ci-après le diagramme opératoire du modèle MAD dans un milieu acide ($pH = 6.5$) ainsi que dans un milieu basique ($pH = 7.5$). Dans les simulations suivantes, les diagrammes opératoires sont réalisés pour des taux de dilution allant de 0 à 0.15.

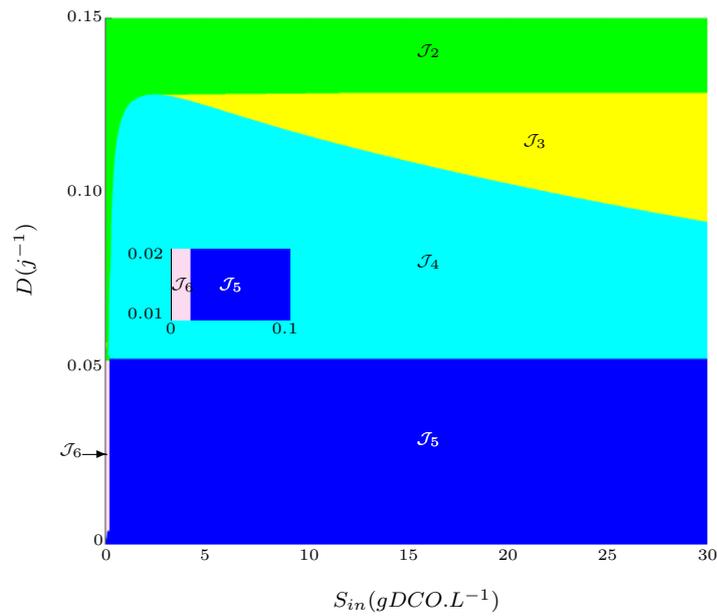


FIGURE 2.11 – Diagramme opératoire - comportement des équilibres selon D et S_{in} à $pH = 6.5$, $N_{in} = 0.011M$. La zone \mathcal{J}_6 est très petite n'apparaissant que pour des valeurs très faibles de S_{in} .

TABLEAU 2.4 – Existence et stabilité des équilibres à $pH = 6.5$, $N_{in} = 0.011M$: Instable (I), Stable (S), Instable ou n'existe pas (X), l'équilibre n'existe pas (aucun signe).

Région	E_1	E_2	E_3^1	E_3^2	E_4	E_5^1	E_5^2	E_6	E_7^1	E_7^2
\mathcal{J}_2	I				S					
\mathcal{J}_3	I				S	S	I			
\mathcal{J}_4	I				I	S				
\mathcal{J}_5	I	I	X		I	X		I	S	
\mathcal{J}_6	I	I			I			S		

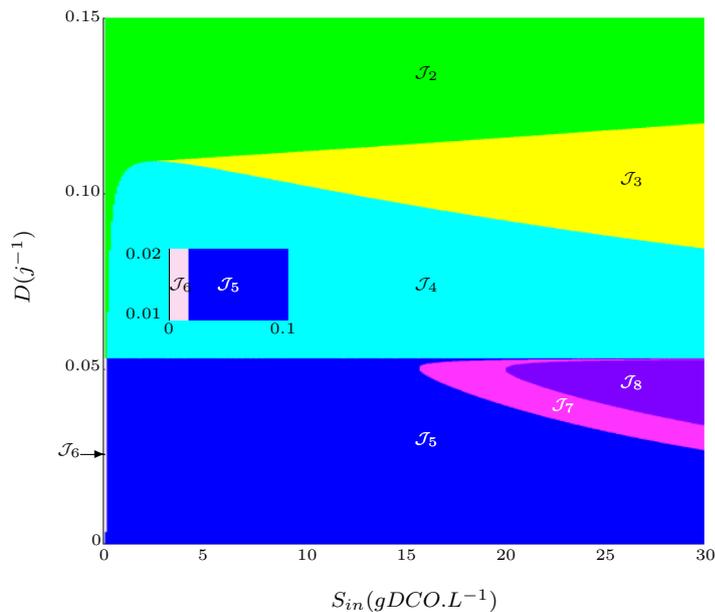


FIGURE 2.12 – Diagramme opératoire - comportement des équilibres selon D et S_{in} à $pH = 7.5$, $N_{in} = 0.011M$. La zone \mathcal{J}_6 est très petite n'apparaissant que pour des valeurs très faibles de S_{in} .

TABLEAU 2.5 – Existence et stabilité des équilibres à $pH = 7.5$: Instable (I), Stable (S), Instable ou n'existe pas (X), l'équilibre n'existe pas (aucun signe).

Région	E_1	E_2	E_3^1	E_3^2	E_4	E_5^1	E_5^2	E_6	E_7^1	E_7^2
\mathcal{J}_2	I				S					
\mathcal{J}_3	I				S	S	I			
\mathcal{J}_4	I				I	S				
\mathcal{J}_5	I	I	X		I	X		I	S	
\mathcal{J}_6	I	I			I			S		
\mathcal{J}_7	I	I	I		I	I		S	S	I
\mathcal{J}_8	I	I	I	I	I	I		S	S	I

La comparaison des diagrammes opératoires des figures 2.11 et 2.6 révèle des propriétés qualitatives similaires entre les régions obtenues à pH neutre et celles obtenues à pH acide, à l'exception de la zone \mathcal{J}_7 . Dans cette zone, une bistabilité apparaît avec laquelle une faible perturbation conduit à l'acidification du milieu réactionnel.

En outre, lorsque le pH est acide, nous remarquons que la zone de bistabilité \mathcal{J}_3 apparaît à un taux de dilution d'environ $0.125 j^{-1}$. Ce même taux de dilution donne lieu, à pH neutre, à une zone de lessivage des bactéries méthanogènes \mathcal{J}_1 . Ainsi, le risque d'échec du procédé à $pH = 7$ semble être plus élevé que celui observé à $pH = 6.5$. Ces résultats ne sont pas conformes aux conclusions de nombreuses études de la littérature qui mettent en évidence une forte sensibilité des méthanogènes aux concentrations élevées d'AGVs [15, 49]. En fait, cela est dû au fait que la valeur choisie de la constante d'inhibition K_{I3} associée aux AGVs (S_3) et proposée dans Mairet *et coll.*, ne permet pas d'avoir une inhibition des méthanogènes par excès d'AGVs. En effet, nous

avons tracé dans la figure 2.13 les taux de croissance des méthanogènes pour une petite valeur du paramètre K_{I3} .

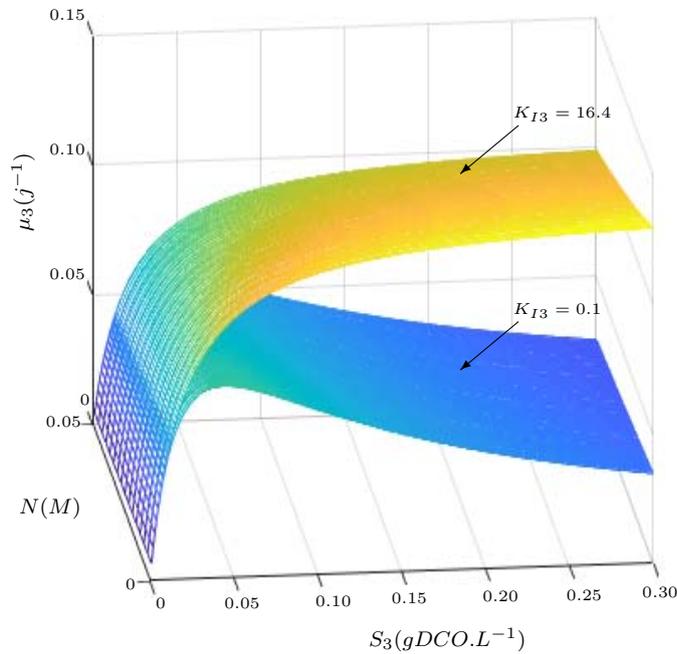


FIGURE 2.13 – Taux de croissance des méthanogènes

Il est clair sur la figure 2.13 que le taux de croissance de X_3 avec la valeur K_{I3} rapportée dans Mairet *et coll.* [117] présente un comportement semblable à celui d'un Monod. L'inhibition de la croissance n'est observée que lorsqu'une valeur plus petite de K_{I3} est utilisée (fonction de Haldane). Cela confirme une limitation importante du modèle MAD qui, en réalité, n'inclut pas d'inhibition par S_3 .

La comparaison de la figure (2.12) avec la figure (2.6) montre une nouvelle zone \mathcal{J}_8 . Dans un milieu réactionnel basique, la figure (2.12) montre que la zone de fonctionnement normal \mathcal{J}_5 ainsi que la zone \mathcal{J}_4 sont plus étroites alors que les domaines de bistabilité sont plus étendus. En effet, lorsque $D < \bar{\mu}_2$, l'augmentation de S_{in} conduit à une bistabilité (\mathcal{J}_5 à \mathcal{J}_7 et \mathcal{J}_8). Cela est dû à l'augmentation continue de la quantité de l'azote produit par la réaction (R2) et promue par le pH. Lorsque D dépasse $\bar{\mu}_2$, ce risque est divisé par deux parce que la réaction (R2) n'est alors plus active. En résumé, plus la charge organique est élevée, plus la concentration de l'azote dans le milieu est grande, notamment dans un milieu basique. Un pH de 7.5 favorise la formation de l'azote ammoniacal (FAN) et donc amplifie les risques de dysfonctionnement du processus.

2.4.4 Relation entre S_{in} , D et N_{in}

Notre étude met en évidence les propriétés qualitatives d'un modèle de digestion anaérobie des substrats riches en protéines à une température mésophile de (35 °C). L'analyse mathéma-

tique du modèle nous permet de comprendre l'influence de deux paramètres du contrôle sur le comportement du fermenteur.

En plus de S_{in} , la concentration d'entrée de l'azote inorganique N_{in} peut constituer une source d'azote dans le milieu réactionnel. Une insuffisance ou un excès d'azote limite/inhibe le développement des micro-organismes pouvant conduire à un dysfonctionnement du procédé de digestion. Dans cette partie, nous étudions comment la variation de ce paramètre agit sur la toxicité de l'azote, et plus particulièrement lors du fonctionnement du digesteur en mode dit normal.

2.4.4.1 Diagramme opératoire (N_{in} , S_{in})

Afin d'étudier l'influence de N_{in} , nous évaluons sa relation avec la concentration de la charge organique. A l'aide de simulations, nous identifions la valeur maximale tolérée de N_{in} qui garantit la stabilité du processus pour la gamme prédéfinie de S_{in} ($0 < S_{in} < 30$). Nous fixons le taux de dilution à une valeur appartenant à la zone \mathcal{J}_5 ($D = 0.05 j^{-1}$), et qui correspond à la valeur minimale de D adoptée dans les expériences de Mairet *et coll.* [117]. Nous établissons le diagramme opératoire en fonction des variations de S_{in} et N_{in} (Figure 2.14).

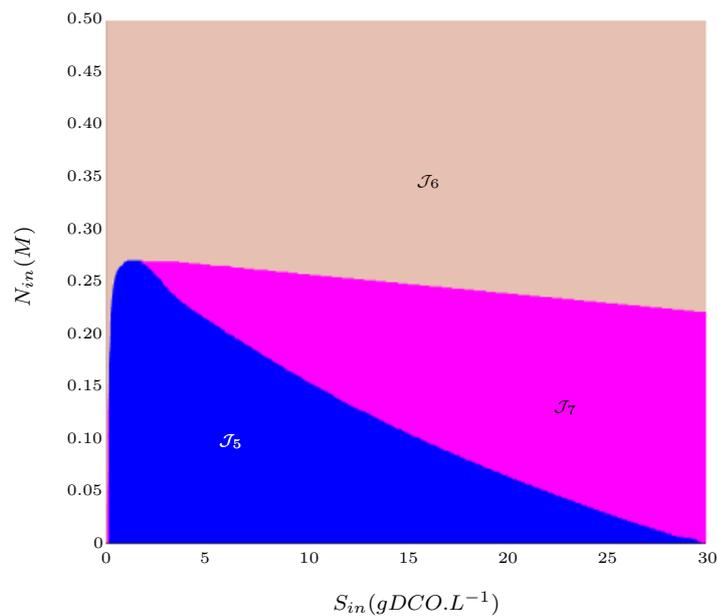


FIGURE 2.14 – Relation entre deux paramètres de bifurcation N_{in} et S_{in} avec $D = 0.05 j^{-1}$.

TABLEAU 2.6 – Zones possibles lorsque N_{in} and S_{in} varient à $pH = 7$, $D = 0.05 j^{-1}$: Instable (I), Stable (S), Instable ou n'existe pas (X), l'équilibre n'existe pas (aucun signe).

Région	E_1	E_2	E_3^1	E_3^2	E_4	E_5^1	E_5^2	E_6	E_7^1	E_7^2
\mathcal{J}_5	I	I	X		X	X		I	S	
\mathcal{J}_6	I	I			I	X	X	S		
\mathcal{J}_7	I	I	X	X	I	X	X	S	S	I

TABLEAU 2.7 – Existence et nature des équilibres en fonction de S_{in} et N_{in} à $pH = 7$, $S_{in} = 6$ $gDCO.L^{-1}$: Instable (I), Stable (S), Instable ou n'existe pas (X), l'équilibre n'existe pas (aucun signe).

Région	E_1	E_2	E_3^1	E_3^2	E_4	E_5^1	E_5^2	E_6	E_7^1	E_7^2
\mathcal{J}_2	I				S	X				
\mathcal{J}_3	I				S	S	I			
\mathcal{J}_4	I				I	S				
\mathcal{J}_5	I	I	I		I	X		I	S	
\mathcal{J}_6	I	I			I	X	X	S		
\mathcal{J}_7	I	I	I	X	I	I	X	S	S	X
\mathcal{J}_{10}	I				I					

Le tableau 2.7 illustre les 7 combinaisons possibles représentées sur la figure 2.15. La stabilité n'est garantie que dans quatre zones (\mathcal{J}_2 , \mathcal{J}_4 , \mathcal{J}_5 , \mathcal{J}_6). Deux zones montrent des bistabilités (\mathcal{J}_3 , \mathcal{J}_7). La zone qui reste (\mathcal{J}_{10}) ne présente aucun équilibre stable (E_4 et E_1 instables).

Le fonctionnement en mode normal du processus est garanti dans la zone \mathcal{J}_5 . Une augmentation progressive de N_{in} , pour un taux de dilution fixe ($D < \bar{\mu}_2$), entraîne l'apparition de \mathcal{J}_7 , suivi directement par la zone \mathcal{J}_6 , où le processus fonctionne autour de l'équilibre E_6 (X_3 sont lessivées). Le même comportement est observé lorsque la valeur choisie du taux de dilution est supérieure à $\bar{\mu}_2$: apparition de la zone \mathcal{J}_4 où l'équilibre E_5^1 est stable, puis de la zone de bistabilité \mathcal{J}_3 puis de \mathcal{J}_2 où les communautés X_2 et X_3 sont lessivées.

Il est à noter dans ce cas de figure que les bactéries méthanogènes ne sont pas inhibées par une carence de l'azote mais plutôt par un excès de l'azote lorsque $D < \bar{\mu}_2$ (dégradation de quantités suffisantes des protéines (réaction R2)). La déficience de l'azote est cependant bien visible lorsque $D > \bar{\mu}_2$ où les bactéries X_2 sont inhibées et la réaction (R2) n'a pas lieu : apparition de la zone \mathcal{J}_{10} .

En comparaison avec la zone \mathcal{J}_3 , la zone de bistabilité \mathcal{J}_7 apparaît bien plus tôt (à une concentration de N_{in} plus petite), ce qui semble être lié au taux de dilution. Ce dernier agit également sur le reste des zones. L'augmentation du taux de dilution rétrécit de plus en plus les zones de bi-stabilité (\mathcal{J}_7 à \mathcal{J}_4) et élargit, cependant, les zones d'échec du procédé (\mathcal{J}_6 à \mathcal{J}_2).

Cela implique que la toxicité de l'ammoniaque est autant liée au paramètre N_{in} qu'à la dilution du milieu réactionnel. Pour opérer autour du point de fonctionnement normal E_7^1 , la concentration de N_{in} devra appartenir à \mathcal{J}_5 , et sa valeur devra être choisie en fonction du taux de dilution appliqué.

2.5 Sur la toxicité de l'azote

2.5.1 Rôle des paramètres opératoires

Lors de la DA des microalgues, une augmentation de S_{in} ou de N_{in} favorise la production de quantités importantes d'azote pouvant conduire à une bistabilité. Dans de telles conditions, une légère variation de la concentration X_{30} peut réduire les performances du processus (figure 2.6). Lorsque le milieu est basique ($pH > 7$), ces bistabilités se produisent même à des valeurs faibles de S_{in} (\mathcal{J}_7 , \mathcal{J}_8) suite au pouvoir tampon du milieu réactionnel basique (figure 2.12).

Cependant, quel que soit le pH du milieu, des valeurs trop petites de S_{in} et N_{in} causent le lessivage des bactéries par insuffisance d'azote.

Le taux de dilution D agit pour sa part sur le potentiel de toxicité de l'azote. L'augmentation de ce dernier pourra causer le lessivage de certaines bactéries responsables de la dégradation des protéines ce qui entraîne une diminution de la concentration de l'azote dans le réacteur et permet donc d'atténuer le risque d'inhibition des microorganismes (figure 2.7).

Un changement dans les paramètres précédents affecte fortement les communautés bactériennes (tableau 2.3), en particulier le consortium des méthanogènes qui agit directement sur le rendement en biogaz. Leur croissance peut être soit limitée par la carence en azote, soit inhibée par une concentration élevée de l'azote, ou par une quantité importante d'AGVs dans le fermenteur.

A un pH neutre, en utilisant le diagramme opératoire (figure 2.6), nous avons identifié la zone désirée pour un fonctionnement normal du processus qui est la zone \mathcal{J}_5 où aucun consortium bactérien n'est lessivé. La comparaison entre les figures 2.6 et 2.11 avec la figure 2.12 révèle que la valeur optimale du pH est 7. Dans le cas de telle valeurs du pH, le paramètre K_{I3} peut être maintenu à sa valeur définie par Mairet *et coll.* [117].

Ainsi, pour garantir la stabilité du processus, l'opérateur doit gérer les entrées du bioréacteur dans les plages : D $[0.001 - 0.05] j^{-1}$, S_{in} $[0.03 - 28.4] gDCO.L^{-1}$ à pH neutre.

Cependant, si l'objectif est de maximiser débit de biogaz du bioprocédé, nous devons opérer dans des zones de fonctionnement potentiellement risquées. En effet, la figure 2.10 montre que le rendement optimal du modèle MAD en termes de production de biogaz est obtenu pour les plages suivantes $[0.04 - 0.05] j^{-1}$, $[28.5 - 30] gDCO.L^{-1}$ de D et S_{in} , respectivement. Ces plages définissent la zone de bistabilité \mathcal{J}_7 où les performances du digesteur sont garanties.

Dans cette zone, une petite modification de la concentration de X_{30} risque de conduire au lessivage des bactéries méthanogènes (stabilité de l'équilibre de frontière E_6). Donc, un accent particulier devra être mis sur la valeur de X_{30} ainsi que sur le taux de dilution supposé maintenu à des valeurs proches de $\bar{\mu}_2$, le taux de croissance maximal de X_2 . Un changement - même de faible amplitude - de ce dernier peut inhiber X_2 et modifier le fonctionnement du processus, en rendant E_5^1 stable.

Dans ce cas, la mise en oeuvre d'une stratégie de commande pourra être envisagée. Une action sur les variables du contrôle du digesteur, *i.e.*, le taux de dilution ou la charge organique, permettra ainsi de garantir un mode de fonctionnement optimal du digesteur.

La figure 2.14 montre la relation entre les concentrations de S_{in} et N_{in} lorsque D est fixé à $0.05 j^{-1}$. Pour assurer un mode de fonctionnement normal du digesteur (\mathcal{J}_5), la concentration d'entrée en azote N_{in} devrait être choisie en fonction de la valeur de S_{in} . En présence de concentrations croissantes de S_{in} , N_{in} doit être la plus petite possible pour satisfaire les besoins bactériens d'un côté, et éviter le niveau du seuil d'inhibition, de l'autre.

La figure 2.15 illustre la relation entre N_{in} et D à une valeur constante de la charge organique $S_{in} = 6 gDCO.L^{-1}$. Dans la zone \mathcal{J}_5 , aucune inhibition ne survient (E_7^1 Stable) : cela révèle que $[0.001 - 0.05] j^{-1}$ et $[0 - 0.5] M$ sont les gammes favorables pour D et N_{in} pour opérer en mode de fonctionnement normal, à l'exception des valeurs appartenant à \mathcal{J}_7 et \mathcal{J}_6 où le lessivage des méthanogènes peut avoir lieu (bistabilité ou stabilité de l'équilibre d'acidification). Dans ce cas,

la concentration de $N_{in} = 0.25 \text{ M}$ semble être inhibitrice.

A partir des figures 2.14 et 2.15, nous pouvons déduire que la valeur maximale tolérée de N_{in} pour garantir un mode de fonctionnement normal du bioréacteur, lorsque $S_{in} = 6 \text{ gDCO.L}^{-1}$ et $D = 0.05 \text{ j}^{-1}$, est de 0.2 M . La détermination du niveau de seuil d'inhibition, dans ce cas, permet d'éviter toute éventuelle inhibition des microorganismes.

En résumé, des variations de S_{in} et N_{in} risquent d'entraîner l'inhibition du processus par un excès d'azote, alors que la dilution (D) peut atténuer cette toxicité. Toutefois, la variation de cette dernière peut conduire à un autre type d'inhibition causée par l'accumulation des AGVs. Ainsi, un compromis est nécessaire entre S_{in} , N_{in} et D pour assurer les meilleures performances d'un procédé du traitement des substrats riches en protéines.

2.5.2 Seuil d'inhibition par l'ammoniaque

Dans le but de définir les concentrations critiques/idéales de l'azote ammoniacal (FAN) pendant la digestion anaérobie des microalgues, nous représentons la concentration de FAN dans les gammes de D et N_{in} évoquées précédemment.

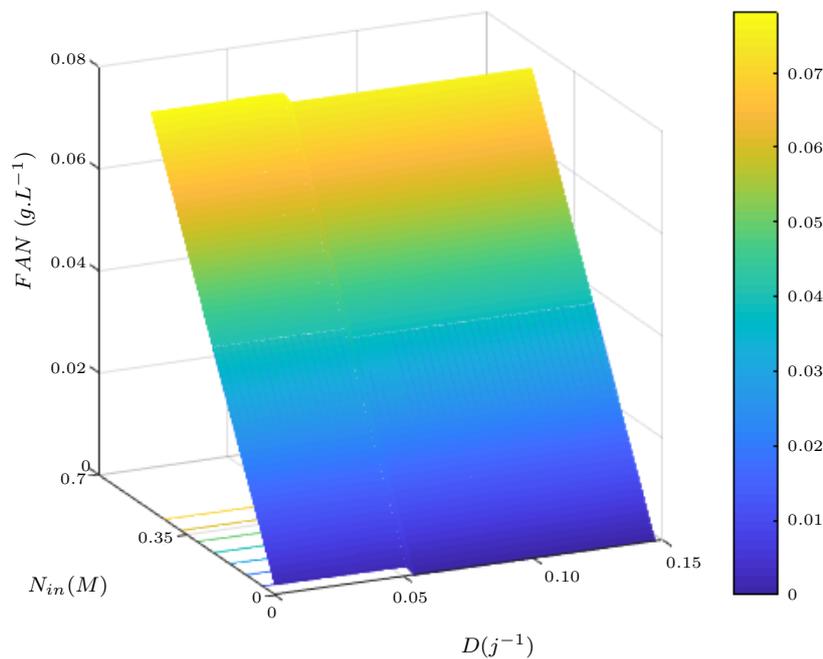


FIGURE 2.16 – Variation de la concentration de FAN en fonction des changements de D et N_{in} à $pH = 7$, $S_{in} = 6 \text{ gDCO.L}^{-1}$

De la figure 2.16, on remarque que l'azote ammoniacal (FAN) dépend principalement de N_{in} . Nous notons que sa concentration peut être légèrement atténuée de $0,002 \text{ gFA.L}^{-1}$ avec l'augmentation de D . Ainsi, la dilution réduit la toxicité de l'ammoniaque.

En outre, le FAN est faible lorsque N_{in} est faible (gamme bleue), ce qui correspond au segment

gauche des zones \mathcal{J}_4 , \mathcal{J}_5 de la figure 2.15. Lors de l'augmentation de N_{in} , un stress sévère de l'ammoniaque est constaté (seuil d'inhibition : bleu au vert), conduisant à des bistabilités (\mathcal{J}_3 et \mathcal{J}_7) puis à des zones de dysfonctionnement du procédé (\mathcal{J}_2 et \mathcal{J}_6). Ce seuil correspond à la valeur $0.0317 \text{ gFAN.L}^{-1}$ (0.002 M) ou $2.340 \text{ gTAN.L}^{-1}$ (0.17 M) (début de la couleur vert clair). Ces résultats sont conformes avec le seuil de toxicité TAN mentionné dans la littérature, qui va de 1.5 à 3 g.L^{-1} [134].

En raison de la dépendance des concentrations TAN et FAN du pH et de la température, ces valeurs déduites sont également conformes aux résultats de Hansen *et coll.* [82] et de Fernandes *et coll.* [65], suggérant que le FAN doit représenter moins de 1% du TAN dans de telles conditions.

2.6 Limitation du modèle MAD

Les milieux acides dans un bioréacteur de Digestion Anaérobie favorisent la formation des AGVs libres, inhibiteurs de bactéries méthanogènes. Cependant, il est à noter qu'aucune inhibition n'a eu lieu lorsque nous avons tracé le diagramme opératoire à $pH = 6.5$ (figure 2.11). Cela signifie que le modèle MAD n'est pas capable de prédire un comportement réaliste du processus dans le cas d'un faible pH. C'est une limitation du modèle qui est dû au fait que la valeur de la constante d'inhibition de Haldane ($K_{I3} = 16.4 \text{ gDCO.L}^{-1}$) adoptée dans Mairet *et coll.* [117] est trop importante.

Bernard *et coll.* [36] et Benyahia *et coll.* [33] ont supposé que la valeur de ce paramètre était de 256 mmol.L^{-1} et 40 mmol.L^{-1} (tableau 1 de [33]), qui correspond, respectivement, à $0.2713 \text{ gDCO.L}^{-1}$ et $0.058 \text{ gDCO.L}^{-1}$.

Pour vérifier l'impact du paramètre K_{I3} sur le comportement du processus, nous avons simulé le diagramme opératoire du modèle avec une valeur intermédiaire de K_{I3} fixée à 0.1 gDCO.L^{-1} .

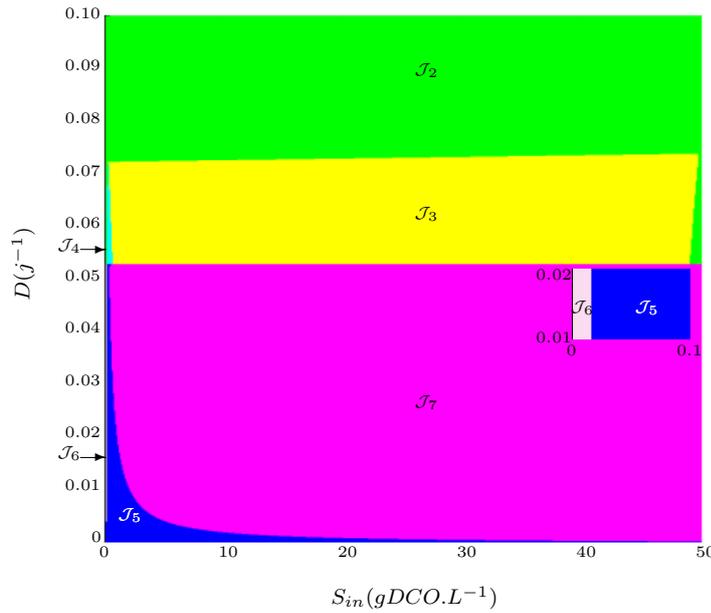


FIGURE 2.17 – Diagramme opératoire montrant le comportement des équilibres en fonction des changements de D et S_{in} à $pH = 6.5$, $N_{in} = 0.011M$, $K_{I3} = 0.1gDCO.L^{-1}$. La zone \mathcal{J}_6 est très petite car n'apparaissant que pour des valeurs très faibles de S_{in} .

TABLEAU 2.8 – Existence et nature des équilibres selon S_{in} et D à $pH = 6.5$, $N_{in} = 0.011M$, $K_{I3} = 0.1$: Instable (I), stable (S), Instable ou n'existe pas (X), équilibre n'existe pas (aucun signe).

Région	E_1	E_2	E_3^1	E_3^2	E_4	E_5^1	E_5^2	E_6	E_7^1	E_7^2
\mathcal{J}_2	U				S					
\mathcal{J}_3	U				S	S	U			
\mathcal{J}_4	U				U	S				
\mathcal{J}_5	U	U	U		U	U		U	S	
\mathcal{J}_6	U	U			U	X	X	S		
\mathcal{J}_7	U	U	X	X	U	X	X	S	S	U

La figure 2.17 montre qu'avec cette valeur de K_{I3} le modèle MAD devient plus sensible aux concentrations élevées des AGVs. La zone de fonctionnement que nous avons défini comme normale du processus (\mathcal{J}_5) se rétrécit et l'instabilité est atteinte à une valeur de D et S_{in} garantissant la stabilité dans le cas de $K_{I3} = 16.4 gDCO.L^{-1}$ (figure 2.11). Ce paramètre joue donc un rôle important lorsque le processus fonctionne à un faible pH où la formation des AGVs non ionisés est importante.

2.7 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté l'analyse mathématique du modèle MAD décrivant la Digestion Anaérobie des microalgues. Nous avons montré le rôle clé des paramètres de contrôle ainsi que l'effet du pH sur la digestion des substrats riches en protéines.

Ces résultats permettent une meilleure caractérisation du comportement du modèle pour prédire d'éventuels risques d'inhibition et optimiser le rendement de ce genre de processus. Cela peut être très utile pour la compréhension et le contrôle des modèles plus complexes de DA.

Aussi fiables qu'ils soient, les modèles type ADM1 n'en restent pas moins des modèles d'une très grande complexité, dont le contrôle demeure impossible sauf s'il sont réduits à des modèles plus simples tels que le modèle MAD.

Dans le chapitre suivant, nous proposons de réduire un modèle ADM1 adapté à la DA des microalgues (ADM1m) afin de pouvoir le contrôler sur la base de son modèle réduit. Nous synthétisons ensuite une loi de commande linéarisante approximativement et nous démontrons les performances de la boucle de régulation par une analyse de robustesse du régulateur envers les incertitudes paramétriques du modèle.

Chapitre 3

Réduction et contrôle d'un modèle complexe de DA des microalgues

Guide de lecture :

L'objet de ce chapitre est de réduire le modèle complexe ADM1m adapté à la DA des microalgues [118] en un modèle plus simple et, de synthétiser un contrôleur sur la base de ce dernier à appliquer au procédé réel. Pour ce faire, nous appliquons la méthode d'association de variables d'état pour la réduction de modèle [84] et nous validons le modèle réduit sur des données expérimentales. Par la suite, le modèle validé est utilisé pour estimer les variables inaccessibles du système et pour calculer la loi de commande permettant l'optimisation de la production du biogaz.

3.1 Introduction

Un modèle “*plus détaillé est évidemment plus précis*”, ce qui est le cas des modèles génériques de type ADM1 (Anaerobic Digestion Model n°1), largement utilisés comme benchmark pour générer des données virtuelles et tester des stratégies de contrôle à appliquer sur les installations industrielles de la Digestion Anaérobie. Les objectifs sont multiples : optimiser la production du biogaz et éviter le lessivage du bioréacteur ou sa toxicité.

Malheureusement, l'utilisation de tels modèles, dits phénoménologiques (grand nombre de variables d'états) demeure théoriquement impossible à cause de leur complexité. Des modèles alternatifs, beaucoup plus simples, ont été précisément développés pour l'optimisation et le contrôle du système [36, 157]. Leur degré de complexité relativement faible permet la synthèse des régulateurs, mais limite aussi leur validité et leurs performances sur des bioprocédés réels [95]. Une question importante peut donc être soulevée : comment contrôler le processus réel en utilisant des modèles simples, de telle sorte qu'ils puissent prédire son comportement qualitatif et quantitatif ?

La meilleure option consiste à utiliser un modèle simple de la Digestion Anaérobie dérivé de et/ou validé sur des modèles de type ADM1. Le modèle MAD présenté dans le chapitre 2 répond à ce critère, car il a un comportement dynamique équivalent au modèle ADM1, montré par Mairet *et coll.* Cependant, quelques divergences apparaissent au niveau des prédictions du méthane et des AGVs [118].

Dans ce chapitre, nous étudions les propriétés du modèle ADM1 adapté aux microalgues. Nous adoptons ensuite, une méthode de réduction de ce modèle complexe pour établir des équivalences entre ses variables d'état et celles du modèle simple MAD. Ce dernier est ensuite validé sur les sorties du modèle ADM1 et sur des données expérimentales d'un digesteur anaérobie des microalgues. Par la suite, nous proposons de contrôler le modèle ADM1 considéré comme un procédé de DA en utilisant le modèle MAD réduit. Ceci consiste à utiliser le modèle MAD pour synthétiser une loi de commande par retour d'état estimé et de la tester sur le modèle complexe. Nous analysons les performances du système en boucle fermée d'une part et, la robustesse du correcteur vis-à-vis les incertitudes paramétriques d'une autre part.

3.2 Le modèle ADM1m

Le modèle ADM1, avec sa structure extrêmement complexe, a prouvé ses performances pour les praticiens. Comme nous l'avons déjà évoqué, la validité du modèle ADM1 reste parfois limitée par le type de l'effluent à traiter. Dans le cas de la Digestion Anaérobie des microalgues, le modèle ADM1 a servi de base pour en extraire une version modifiée : une extension de l'ADM1 original adapté à la DA des microalgues. Cette extension, appelée ci-après ADM1m [118], considère l'hydrolyse comme étape limitante vu la structure complexe de la biomasse microalgale. Lors d'une telle digestion, l'hydrolyse dépend à la fois du substrat à hydrolyser et de l'activité des bactéries appropriées. Ainsi dans ADM1m, l'hydrolyse des hydrates du carbone, des protéines et des lipides est représentée par un modèle de Contois, comme proposé par Mottet [126] (voir tableau 3.1).

Le modèle ADM1m a été ensuite calibré et validé sur des données expérimentales issues de la

digestion des microalgues *Chlorella vulgaris* (voir la section 3.4.4).

Compte tenu de l'effluent à l'entrée lié à la qualité et à la quantité de la matière à traiter, le modèle ADM1m génère des sorties telles que le biogaz, dont la composition dépend d'un certain nombre d'états décrivant les transferts liquide-liquide et gaz-liquide dans le milieu réactionnel. C'est pourquoi il peut être utilisé comme « un procédé de la Digestion Anaérobie ». Il est encore privilégié pour simuler diverses situations et tout à fait approprié pour évaluer les performances de la Digestion Anaérobie des microalgues. Néanmoins, ce modèle est loin trop complexe pour être utilisé à des fins du contrôle et de surveillance du digesteur.

TABLEAU 3.1 – Dynamiques d'hydrolyse dans ADM1m [118]

Substrat	Taux	ADM1 original	ADM1 modifié (ADM1m)
Hydrate du carbone	ρ_2	$k_{hyd,ch} X_{ch}$	$k_{hyd,ch}^* \frac{X_{ch}}{K_{S,ch} X_{su} + X_{ch}} X_{su}$
Protéine	ρ_3	$k_{hyd,pr} X_{pr}$	$k_{hyd,pr}^* \frac{X_{pr}}{K_{S,pr} X_{aa} + X_{pr}} X_{aa}$
Lipide	ρ_4	$k_{hyd,li} X_{li}$	$k_{hyd,li}^* \frac{X_{li}}{K_{S,li} X_{fa} + X_{li}} X_{fa}$

3.3 Propriétés du modèle ADM1m

Mairet *et coll.* [117] montrent que le modèle MAD présente le même comportement dynamique que le modèle ADM1m [118], dont l'étude des propriétés qualitatives offre un aperçu sur le comportement du processus. Cela s'avère utile dans le cas de l'optimisation et le contrôle de la production du biogaz. Ces propriétés peuvent être étudiées soit par simulation où des outils numériques puissants sont nécessaires [38], soit par l'exploration d'un modèle réduit du modèle ADM1m.

En se basant sur une équivalence entre le modèle ADM1m et le modèle MAD, nous étudions dans cette section les propriétés qualitatives et quantitatives du modèle ADM1m, en utilisant les résultats présentés dans le chapitre 2 sur les propriétés du modèle MAD (*cf.* section 2.4).

Le diagramme opératoire du modèle MAD (figure 2.6) montre que pour une valeur fixe de $S_{in} = 0.02 \text{ gDCO.L}^{-1}$, l'augmentation progressive du D conduit à l'apparition des zones \mathcal{J}_5 , \mathcal{J}_6 , \mathcal{J}_4 , \mathcal{J}_2 , \mathcal{J}_1 , respectivement.

\mathcal{J}_5 peut être définie comme une zone de fonctionnement normal, où toutes les bactéries existent. La zone \mathcal{J}_6 correspond à la lyse des méthanogènes X_3 par manque d'azote. La zone \mathcal{J}_3 représente le lessivage des bactéries X_2 et la zone \mathcal{J}_2 correspond au lessivage des communautés bactériennes X_2 et X_3 à la fois. Enfin dans la zone \mathcal{J}_1 , toutes les bactéries sont lessivées. A partir du même diagramme, nous pouvons également constater que l'augmentation de S_{in} conduit à une bistabilité, où le risque d'inhibition des bactéries X_3 est très important. Ainsi, le lessivage peut être provoqué soit par un taux de dilution élevé, par une limitation de la charge organique ou par une surcharge organique.

Par rapport au modèle original ADM1, la version modifiée ADM1m est capable de simuler la variation de la quantité de divers produits intermédiaires, notamment la concentration de l'azote inorganique [118]. Cela est grâce aux nouvelles cinétiques d'hydrolyse considérées par le modèle ADM1m et qui sont représentées par des lois de Contois. Dans [150], on démontre que le chan-

gement du taux d'hydrolyse, dans le cas des «modèles de digestion anaérobie» ne peut agir que sur la quantité de la matière organique soluble. On suppose alors, que les propriétés qualitatives ne sont pas influencées.

Pour vérifier si nos résultats sont génériques, nous avons comparé les propriétés qualitatives du modèle ADM1m avec celles du modèle original ADM1 étudié numériquement par Bornhöft *et coll.* [38]. Ces auteurs ont montré que le lessivage dans le modèle ADM1 peut se produire soit par i) une augmentation du taux de dilution, ii) par une augmentation de la concentration du substrat d'entrée (conduisant à une inhibition) ou iii) par une diminution de la concentration du substrat (conduisant à la famine des bactéries) [38]. Toutes ces propriétés du modèle ADM1 sont retrouvées dans le modèle ADM1m.

Le modèle MAD, bien qu'il remplisse les propriétés du modèle ADM1m, reste limité envers les milieux acides et également, ne prend pas en considération la lyse cellulaire. Cela constitue un handicap pour son utilisation comme modèle alternatif parfait au modèle complexe ADM1m. Dans la section suivante, nous établissons des relations d'équivalence entre les variables d'état du modèle ADM1m et celles du modèle simple MAD, par l'application d'une approche de réduction de la littérature.

3.4 Réduction du modèle ADM1m

3.4.1 Aperçu sur les approches de réduction des modèles

Plusieurs approches ont été proposées dans la littérature pour dériver des modèles réduits simples à partir des modèles complexes, ou pour établir des relations d'équivalence entre leurs variables d'état. Certaines approches de réduction sont basées sur des outils mathématiques tels que : la réduction équilibrée de modèles [23], l'approximation de Hankel [23], l'analyse des composantes principales [124], ou encore la méthode d'homothopie [46]. En outre, des méthodes basées sur la simulation [38] ou sur la connaissance des bioprocédés [84] ont été également utilisées.

La méthode de réduction appelée “association de variables d'état” proposée par Hassam *et coll.* [84], nécessite un choix judicieux de deux modèles candidats de la DA : un modèle complexe et un autre simple. Des connaissances expérimentales assez précises sur le déroulement du processus de fermentation sont aussi requises, pour pouvoir synthétiser des relations d'équivalence entre les variables d'état des deux différents modèles et préserver ainsi leurs significations physiques. L'ensemble de ces relations constituent une interface permettant d'identifier les paramètres du modèle réduit de telle sorte que son comportement soit proche à celui du modèle complexe. Ceci permet de garder la signification physique des variables d'état du système, un avantage qui n'est généralement pas offert par les autres approches.

Dans le cadre de notre travail, nous nous intéressons à la réduction du modèle ADM1m, en établissant des liens entre ses variables d'état et celles du modèle simple MAD. Nous appliquons cette approche suivant la procédure illustrée par la Figure 3.1 et décrite comme suit :

- Sur la base des connaissances expérimentales du processus, écrire les variables du modèle simple comme des combinaisons linéaires de celles du modèle complexe ;

- Générer un jeu de données en régime permanent des sorties du modèle complexe, en faisant varier la valeur de l'un de ses paramètres “clés” ;
- Réécrire les dynamiques des bactéries (les cinétiques) du modèle simple en régime permanent ;
- Appliquer la méthode de régression non linéaire multiple pour calibrer les paramètres du modèle simple à partir des données générées du modèle complexe.

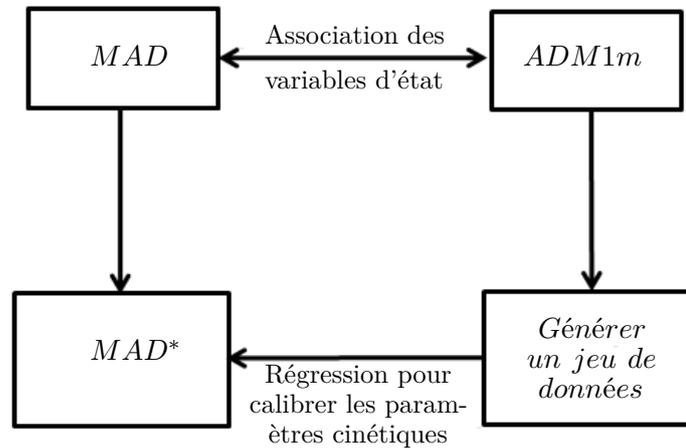


FIGURE 3.1 – Principe de la méthode d’association de variables [84]

3.4.2 Réduction du modèle ADM1m par la méthode d’association de variables : Equivalence MAD-ADM1m

En se basant sur les connaissances *a priori* du bioprocédé, nous développons une interface entre les modèles MAD et ADM1m. Elle consiste en de simples équations algébriques entre les variables des deux modèles, données dans le Tableau 3.2 (les grandeurs sont ramenées aux mêmes unités). L’avantage principal de ces équivalences réside dans le maintien de la signification physique des variables du modèle ADM1m.

TABLEAU 3.2 – Equivalence des variables d'état des modèles ADM1m et MAD

Variables du modèle MAD	Variables associées du modèle ADM1m
S_1 (g DCO.L ⁻¹)	$S_{su} + S_{fa} + X_c + X_{ch} + X_{li}$
S_2 (g DCO.L ⁻¹)	$S_{aa} + X_{pr}$
S_3 (g DCO.L ⁻¹)	$S_{va} + S_{bu} + S_{pro} + S_{ac}$
X_1 (g DCO.L ⁻¹)	$X_{su} + X_{fa}$
X_2 (g DCO.L ⁻¹)	X_{aa}
X_3 (g DCO.L ⁻¹)	$X_{c4} + X_{pro} + X_{ac} + X_{h2}$
N (g-mole.N.L ⁻¹)	S_{in}
C (g-mole.C.L ⁻¹)	S_{ic}
z (M)	$S_{cat} - S_{an}$
P_{CO_2} (bar)	$P_{gas,co2}$
P_{CH_4} (bar)	$P_{gas,ch4}$
S_I (g DCO.L ⁻¹)	$S_i + X_I$
q_{gas} (L.j ⁻¹)	$q_{gas}/1000$

Le substrat S_1 dans le modèle MAD représente la teneur des microalgues en sucres et lipides. Cela correspond à l'ensemble des substrats suivants dans ADM1m : monosaccharides (S_{su}), hydrates de carbone (X_{ch}), composites (X_c), LCFA (Acides Gras à Longue Chaîne S_{fa}) et lipides (X_{li}).

Les protéines du modèle simple (S_2) sont équivalentes aux acides aminés (S_{aa}) et aux protéines (X_{pr}) du modèle complexe, alors que les AGVs désignés par S_3 sont la somme des acides valériques (S_{va}), butyriques (S_{bu}), propioniques (S_{pro}) et acétiques (S_{ac}).

De plus, les bactéries chargées de la phase hydrolyse-acétogénèse, notées X_1 et X_2 dans MAD, correspondent dans ADM1m, à l'ensemble des bactéries qui dégradent les sucres et les lipides (X_{su} , X_{fa}) et les acides aminés (X_{aa}), respectivement.

Les bactéries dégradants les AGVs (X_3) correspondent aux bactéries acétogènes du modèle ADM1m (X_{c4} , X_{pro} , X_{ac} , X_{h2}).

Par ailleurs, l'azote (N), le carbone (C) et les pressions partielles du CO_2 et CH_4 du modèle MAD sont équivalents au nitrogène inorganique (S_{in}), carbone inorganique (S_{ic}) et aux pressions P_{gas,CH_4} et P_{gas,CO_2} du modèle ADM1m, respectivement. L'alcalinité (z) est calculée à partir de la concentration des cations (S_{cat}) et des anions (S_{an}). Les inertes (S_I), quant à eux, sont équivalents à l'ensemble des inertes solubles (S_i) et particulaires (X_I) du modèle complexe. Afin de vérifier la validité de la méthode de réduction, nous effectuons des simulations numériques pour comparer le comportement temporel des variables d'état du modèle MAD avec celui de leurs variables combinées du modèle ADM1m. Nous avons appliqué comme entrée aux deux modèles MAD et ADM1m, des concentrations variables de la matière organique, qui ont été

utilisées comme alimentation lors d'une expérience sur un digesteur en mode batch (voir section 3.4.4). Les résultats de simulation sont montrés par les Figures 3.2 et 3.3.

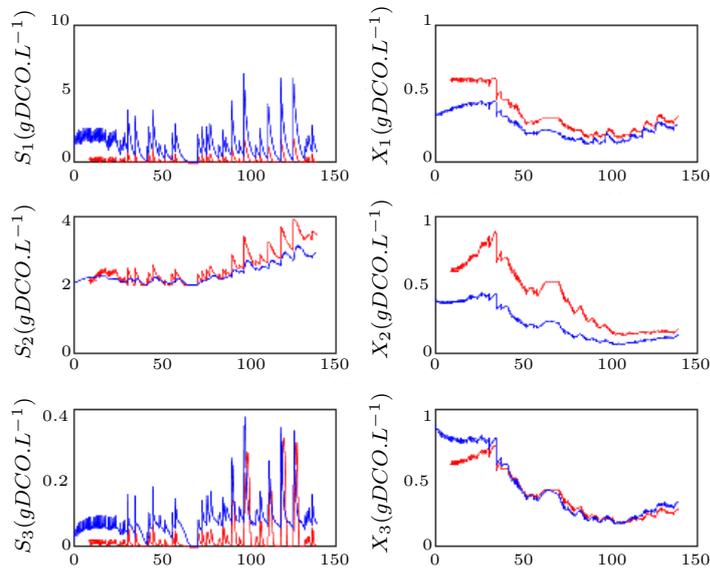


FIGURE 3.2 – Prédiction des concentrations dynamiques des substrats et des bactéries en utilisant la méthode d'association de variables d'états : modèle MAD (rouge), variables associées du modèle ADM1m (bleu).

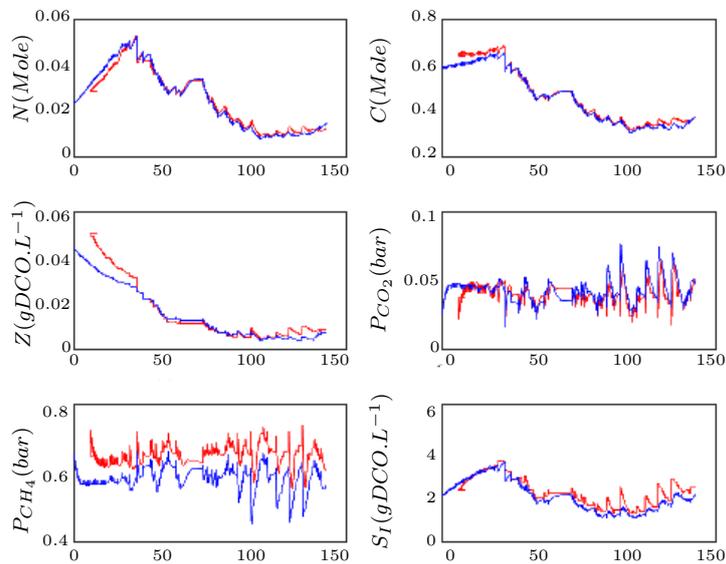


FIGURE 3.3 – Prédiction des dynamiques du carbone, de l'azote, de l'alcalinité, des inerts particuliers et des pressions par la méthode d'association de variables d'états : modèle MAD (rouge), variables associées du modèle ADM1m (bleu).

Il est bien clair d'après les Figures 3.2 et 3.3 que les modèles MAD et ADM1m présentent des comportements quasiment identiques, à l'exception d'une sous-estimation des AGVs (S_3) et une surestimation de la concentration des bactéries X_2 .

Ces écarts d'estimation s'expliquent par le fait que le modèle MAD considère uniquement l'acétate comme un composant majeur des AGVs modélisés par S_3 [117], contrairement au modèle ADM1m qui inclut également les acides butyriques, valériques et propioniques [118].

Cela induit une sous-estimation de la pression partielle du CH_4 , dépendant initialement de la concentration des AGVs dans le milieu réactionnel.

La prise en compte de la lyse cellulaire par le modèle ADM1m et non pas par le modèle MAD, peut constituer la cause majeure du décalage entre les concentrations de X_2 prédites par les deux modèles. Cette mortalité, étant directement liée à la concentration des bactéries, est moins importante lorsque la concentration de ces dernières devient minimale dans le digesteur.

Sur la base des résultats de l'analyse mathématique évoquée dans le chapitre 2 (*cf.* section 2.4), nous évaluons également, le comportement quantitatif des modèles MAD et ADM1m en régime permanent (calcul de la valeur des concentrations à l'équilibre). La procédure suivie est la suivante : Nous appliquons le même taux de dilution et la même charge organique aux deux modèles. Ensuite, pour chaque valeur de D et S_{in} , nous calculons la valeur de l'équilibre stable dans la zone correspondante. Dans le cas de bistabilité (\mathcal{J}_7 ou \mathcal{J}_3), nous considérons le point d'équilibre intérieur (équilibre positif). Le résultat des calculs est rapporté dans le tableau 3.3.

TABLEAU 3.3 – Valeurs des équilibres des modèles ADM1m et MAD dans chaque zone

Région	modèles	Taux de dilution / Charge organique	S_1	S_2	S_3	X_1	X_2	X_3	N
\mathcal{J}_1	ADM1m	$D = 0.35, S_{in} = 15$	4.1602	6.1747	0	0	0	0	0.0109
	MAD		4.5	6	0	0	0	0	0.0110
\mathcal{J}_2	ADM1m	$D = 0.2, S_{in} = 15$	2.4625	6.2185	0.3642	0.1494	0	0.0718	0.0095
	MAD		1.1435	6	3.08	0.2685	0	0	0.0093
\mathcal{J}_3	ADM1m	$D = 0.12, S_{in} = 28$	1.4806	11.6867	0.1591	0.4376	0	0.2947	0.0061
	MAD		0.8545	11.2000	0.1653	0.6036	0	0.3388	0.0051
\mathcal{J}_4	ADM1m	$D = 0.07, S_{in} = 15$	0.3526	6.3002	0.0866	0.2341	0	0.1600	0.0082
	MAD		0.2211	6	0.0217	0.3423	0	0.1957	0.0076
\mathcal{J}_5	ADM1m	$D = 0.025, S_{in} = 15$	0.1574	0.1523	0.0553	0.1807	0.2843	0.4081	0.0479
	MAD		0.0684	0.0328	0.0057	0.3545	0.6557	0.4691	0.0413
\mathcal{J}_7	ADM1m	$D = 0.0491, S_{in} = 29.5$	0.4144	1.1963	0.1161	0.4432	0.6503	0.9537	0.0759
	MAD		0.2845	0.8315	0.0191	0.6852	1.205	0.8812	0.0663

Le tableau 3.3 montre une bonne concordance entre les valeurs des équilibres du modèle MAD et celles du modèle ADM1m. De légères différences entre les valeurs de certaines variables peuvent être dûes au fait que la lyse cellulaire n'est pas prise en compte dans le modèle MAD. Cependant, un décalage important dans la concentration des AGVs est observé dans la plupart des régions. Ces résultats divergents peuvent être expliqués par le fait que le modèle MAD considère uniquement l'acide acétique alors que le modèle ADM1m prend également en compte les acides propionique, valérique, butyrique et acétique. La valeur importante de la constante d'inhibition K_{I3} de la cinétique de Haldane considérée dans le modèle MAD, peut aussi être une autre cause de ce décalage.

Dans l'ensemble, les résultats obtenus expliquent le bon choix des relations d'équivalence établies entre les variables d'état des deux modèles et vérifient la validité de l'approche de réduction adoptée.

3.4.3 Identification des paramètres cinétiques du modèle réduit

La structure plus ou moins simple du modèle MAD permet d'estimer ses paramètres par des méthodes d'identification en utilisant des données expérimentales d'un digesteur réel, ou virtuelles générées par un modèle plus complexe. Dans le cadre de notre étude, nous avons utilisé le modèle ADM1m comme un "bioprocédé virtuel" pour générer un jeu de données théorique qui nous servira pour le calage du modèle MAD.

Nous simulons le modèle ADM1m avec différentes valeurs du taux de dilution D allant de 0.2 à 0.005 (j^{-1}), et donc un TSH ($TSH = \frac{1}{D}$) variant de 5 et 180 jours et nous calculons les points d'équilibre correspondants du modèle (Tableau 3.2).

Puisque de tels temps de séjour "assez importants" favorisent la mortalité des microorganismes, nous proposons de modifier légèrement le modèle MAD afin de prendre en compte ce phénomène. Nous introduisons donc dans les équations (2.7), (2.8) et (2.9) des taux de mortalité. Ainsi les dynamiques de X_1 , X_2 et X_3 deviennent :

$$\dot{X}_1 = (\mu_1 - D - k_{d,1}) X_1 \quad (3.1)$$

$$\dot{X}_2 = (\mu_2 - D - k_{d,2}) X_2 \quad (3.2)$$

$$\dot{X}_3 = (\mu_3 - D - k_{d,3}) X_3 \quad (3.3)$$

Il est à noter que les valeurs des paramètres $k_{d,i}$; ont été choisies arbitrairement égales à 10% des valeurs des taux de croissance maximaux $\bar{\mu}_i$ ($i = 1, 2, 3$).

Nous envisageons par la suite, des algorithmes de régression pour calibrer les paramètres du modèle MAD sur les données recueillies (Tableau 3.4). Les coefficients stoechiométriques du modèle sont généralement prédéfinis dans la littérature (voir [49]). Ainsi, il est évident que leur effet sur les performances de la digestion n'est pas d'autant plus important que l'effet des paramètres cinétiques agissant directement sur la croissance des microorganismes. De ce fait, la régression n'est appliquée que pour identifier les paramètres cinétiques : $\bar{\mu}_1$, $\bar{\mu}_2$, $\bar{\mu}_3$, K_{S1} , K_{S2} , K_{S3} , K_{Inh3} et K_{I3} .

A l'équilibre les équations (3.1), (3.2) et (3.3) s'écrivent :

$$\mu_1 (\bar{S}_1, \bar{X}_1) = D + k_{d,1} \quad (3.4)$$

$$\mu_2 (\bar{S}_2, \bar{X}_2) = D + k_{d,2} \quad (3.5)$$

$$\mu_3 (\bar{S}_3, \bar{NH}_3) = D + k_{d,3} \quad (3.6)$$

TABLEAU 3.4 – Equilibres du modèle ADM1m aux différents Temps de Séjour Hydraulique (TSH)

TSH	D	S_1	S_2	S_3	X_1	X_2	X_3	NH_3	pH
5	0.2	6.45	20.52	0.28	0.42	0.015	0.29	2.79e-2	6.55
6	0.17	6.11	20.53	0.22	0.44	0.016	0.31	2.86e-5	6.57
7	0.14	5.80	20.52	0.18	0.45	0.018	0.32	2.97e-5	6.58
10	0.1	1.04	20.43	0.12	0.68	0.03	0.52	2.46e-5	6.63
11.5	0.09	0.85	20.24	0.11	0.67	0.04	0.53	3.31e-5	6.66
13	0.08	0.73	19.66	0.10	0.66	0.08	0.56	6.06e-5	6.73
15	0.07	0.66	11.17	0.13	0.65	0.61	1.08	0.0011	7.22
16	0.06	0.65	6.09	0.18	0.64	0.91	1.38	2.40e-3	7.36
17	0.59	0.62	4.12	0.20	0.64	1.02	1.48	0.003	7.41
20	0.05	0.54	2.08	0.21	0.62	1.09	1.54	0.0037	7.46
25	0.04	0.46	1.14	0.18	0.59	1.08	1.50	0.0042	7.48
30	0.03	0.37	0.66	0.002	0.54	1.01	1.39	0.0045	7.50
40	0.025	0.32	0.49	0.0017	0.78	0.94	1.30	0.0047	7.51
50	0.02	0.28	0.36	0.0015	0.45	0.86	1.19	0.0048	7.52
55	0.018	0.26	0.32	0.0014	0.43	0.82	1.13	0.0049	7.52
60	0.016	0.24	0.28	0.0013	0.42	0.79	1.09	0.0049	7.52
70	0.014	0.22	0.23	0.0012	0.38	0.73	1.00	0.005	7.53
80	0.0125	0.20	0.20	0.0012	0.3555	0.68	0.93	0.0051	7.5311
90	0.011	0.18	0.17	0.0011	0.33	0.63	0.87	0.0052	7.5339
95	0.010	0.176	0.16	0.0011	0.32	0.61	0.84	0.0052	7.54
100	0.01	0.17	0.15	0.0011	0.31	0.59	0.81	0.0052	7.54
110	0.009	0.16	0.14	0.08	0.29	0.55	0.76	0.0052	7.5382
120	0.008	0.15	0.13	0.07	0.28	0.52	0.72	0.0053	7.5398
130	0.007	0.14	0.11	0.07	0.261	0.50	0.68	0.0053	7.5413
150	0.006	0.13	0.10	0.07	0.23	0.45	0.62	0.0054	7.5436
180	0.005	0.11	0.08	0.06	0.21	0.39	0.54	0.0054	7.55

A partir des équations (2.1), (3.4), nous avons :

$$\bar{S}_1 = \frac{1}{\bar{\mu}_1} D \bar{S}_1 + \frac{K_{S1}}{\bar{\mu}_1} D \bar{X}_1 + \frac{k_{d,1}}{\bar{\mu}_1} \bar{S}_1 + \frac{k_{d,1} K_{S1}}{\bar{\mu}_1} \bar{X}_1 \quad (3.7)$$

Cette équation nous permet de calculer les valeurs de $\bar{\mu}_1$ et K_{S1} par l'algorithme de régression linéaire multiple.

A partir des équations (2.1), (3.5), nous écrivons :

$$\bar{S}_2 = \frac{1}{\bar{\mu}_2} D \bar{S}_2 + \frac{K_{S2}}{\bar{\mu}_2} D \bar{X}_2 + \frac{k_{d,2}}{\bar{\mu}_2} \bar{S}_2 + \frac{k_{d,2} K_{S2}}{\bar{\mu}_2} \bar{X}_2 \quad (3.8)$$

Egalement, la régression linéaire multiple appliquée à cette relation nous donne les valeurs des paramètres $\bar{\mu}_2$ et K_{S2} .

De même, les équations (2.2), (3.6) donnent :

$$\begin{aligned} \bar{S}_3 = & \frac{1}{\bar{\mu}_3} (D + k_{d,3}) \bar{S}_3 + \frac{1}{\bar{\mu}_3 K_{I,nh_3}} (D + k_{d,3}) N \bar{H}_3 \bar{S}_3 + \frac{K_{S3}}{\bar{\mu}_3} (D + k_{d,3}) + \frac{K_{S3}}{\bar{\mu}_3 K_{I,nh_3}} \\ & (D + k_{d,3}) N \bar{H}_3 + \frac{1}{\bar{\mu}_3 K_{I3}} (D + k_{d,3}) \bar{S}_3^2 + \frac{1}{\bar{\mu}_3 K_{I,nh_3} K_{I3}} (D + k_{d,3}) \bar{S}_3^2 N \bar{H}_3 \end{aligned} \quad (3.9)$$

Cette fois-ci, en appliquant la régression non linéaire multiple sur l'équation (3.9), nous obtenons les valeurs des paramètres $\bar{\mu}_3$, K_{I,nh_3} , K_{S3} et K_{I3} .

Les valeurs des paramètres optimisés sont présentées dans le Tableau 3.5, où MAD^* désigne le modèle MAD avec les taux de mortalité, calibré sur les données virtuelles générées par le modèle ADM1m.

TABLEAU 3.5 – Paramètres optimisés du modèle MAD^*

MAD^*	$\bar{\mu}_1 = 0.0907$	$K_{S1} = 0.4289$	$\bar{\mu}_2 = 0.1495$	$K_{S2} = 6.3246$
	$\bar{\mu}_3 = 0.0911$	$K_{S3} = 0.003$	$K_{I3} = 2.2451e5$	$K_{I,nh_3} = 0.0015$

Pour des fins de validation, le comportement du modèle calibré MAD^* sera comparé, dans la section suivante, au comportement du modèle ADM1m, ainsi qu'à des données expérimentales d'un réacteur pilote.

3.4.4 Validation expérimentale de la méthode

Des expériences sur la DA des microalgues (*chlorella vulgaris*) ont été effectuées dans un réacteur CSTR (Continuous Stirred Tank Reactor) pendant 140 jours. Le volume opérationnel du bioréacteur est de 1l et sa température était maintenue constante à environ 35 °C. Pour plus de détails sur le dispositif expérimental, le lecteur peut se référer à [118].

La Figure 3.4 montre le taux de dilution quotidien et les ajouts du substrat d'entrée durant la période d'expériences.

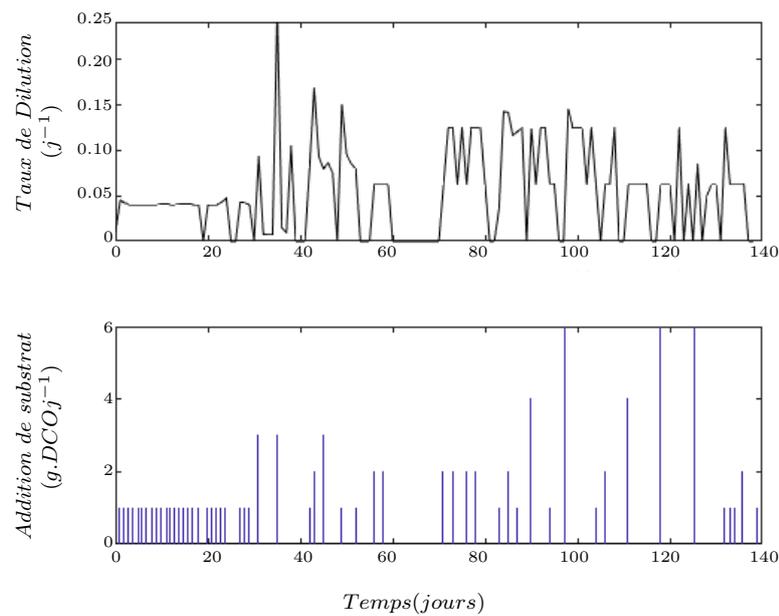


FIGURE 3.4 – Données expérimentales de D et de S_{in} utilisées dans le calage [117]

Comme nous l'avons mentionné, ces mesures expérimentales ont été utilisées pour calibrer le modèle ADM1m et, nous les utiliserons par la suite, pour valider le modèle réduit MAD*. Les résultats de simulation sont présentés par la Figure 3.5.

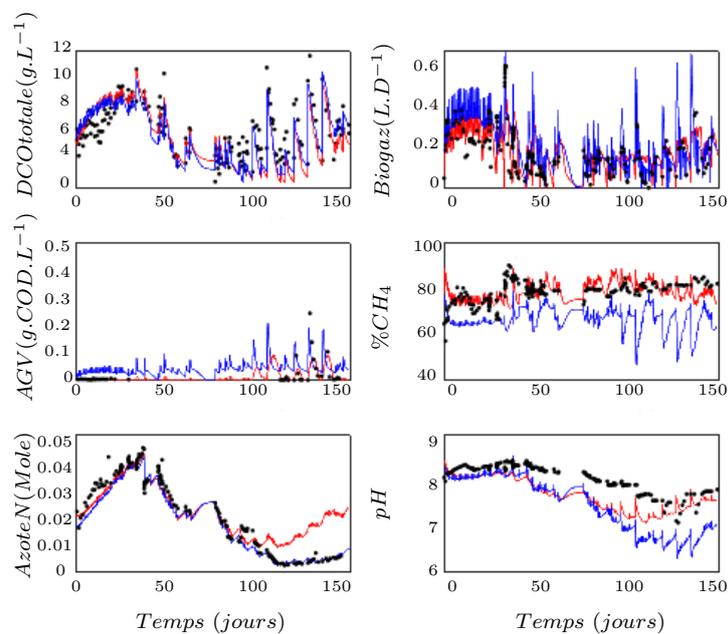


FIGURE 3.5 – Données expérimentales (points noirs), modèle MAD* (rouge), variables associées du modèle ADM1m (bleu).

Les sorties prédites par le modèle MAD^* tracées en rouge concordent bien avec les données expérimentales montrées par des points noirs, en particulier, la DCO totale, le débit du gaz et les Acides Gras Volatiles. La figure 3.5 montre également, une bonne corrélation entre les données expérimentales et les simulations du pourcentage de méthane et du pH, bien qu'en les comparant avec les prédictions du modèle ADM1m, elles sont légèrement écartées.

Nous pouvons expliquer les écarts de prédictions entre ADM1m et MAD^* par le fait que le calage de ce dernier ne concerne pas ses coefficients stoechiométriques, prédéfinis sans prendre en compte tous les AGVs [117]. Cela conduit à une sous-estimation des AGVs par le modèle MAD^* par rapport à l'ADM1m. Aussi, à une surestimation du pH et du $\%CH_4$.

En revanche, la bonne estimation des données expérimentales par le modèle MAD^* peut être due à la négligence des concentrations des acides butyriques, valériques et propioniques dans le milieu réactionnel lors de la prise des mesures. Ces acides sont considérés uniquement par ADM1m et non pas par le modèle MAD^* , où les AGVs sont modélisés principalement par l'acétate.

En outre, la valeur importante du taux de croissance maximale ($\bar{\mu}_2$) des bactéries X_2 estimée lors du calage du modèle MAD^* favorise la lyse cellulaire des microorganismes. C'est pourquoi le décalage est important entre l'azote simulé et l'azote mesuré à la fin de la période de simulation.

Ces résultats qualifient le modèle réduit MAD^* comme un bon candidat pour la synthèse d'un contrôleur au digesteur réel. Egalement, pour l'estimation de certains états non mesurables de ce dernier. Ainsi, le modèle MAD^* se révèle être un outil puissant du contrôle et d'optimisation des bioprocédés anaérobies des microalgues.

3.5 Contrôle du modèle ADM1m en utilisant le modèle réduit

3.5.1 Synthèse de la loi de commande

Notre objectif ici est d'optimiser les performances d'un digesteur anaérobie par rapport à un critère énergétique, sans tenir compte de la régulation des variables internes comme la DCO ou les AGVs. Ainsi, la variable régulée est le débit de biogaz tandis que la variable de commande est le taux de dilution. Nous considérons l'hypothèse suivante :

Hypothèse 3.1. *Le débit du biogaz q_{gas} est une variable mesurée en ligne.*

Proposition 3.1. *Considérons le système des équations différentielles (2.4)-(2.15). Supposons que l'hypothèse 3.1 est vérifiée et que toutes les variables : substrats, biomasses et pressions partielles sont à l'équilibre autour de leurs valeurs désirées. Supposons de plus que S_{in} est une variable mesurable. Un contrôle de linéarisation par retour d'état estimé pour réguler (q_{gas}) est donné par :*

$$D(t) = \frac{1}{H}(\lambda A(\bar{q}_{gaz} - q_{gaz}(t)) - B(-P_{CO_2}(t)q_{gaz}(t) + \rho_{CO_2}RV_{liq}T_{op} - P_{CH_4}(t)q_{gaz}(t))) \quad (3.10)$$

avec :

$$A = V_{gas}\alpha_1\alpha_5\alpha_9; \quad B = k_p\alpha_1\alpha_9\alpha_5; \quad C = k_p\alpha_{11}V_{liq}RT_{op}$$

$$H = C(-S_3\alpha_1\alpha_5 + \alpha_3\alpha_5\beta_1S_{in} - \alpha_3\alpha_5S_1 + \alpha_6\alpha_1\beta_2S_{in} - \alpha_6\alpha_1S_2)$$

λ est un paramètre ajustable pour que le biogaz régulé soit proche au débit maximum du biogaz désiré en sortie, défini comme consigne \bar{q}_{gaz} .

Preuve. Nous suggérons une dynamique linéaire du débit de gaz, qui peut s'écrire sous la forme d'une équation différentielle de premier ordre, donnée par :

$$\dot{q}_{gaz} - \lambda(\bar{q}_{gaz} - q_{gaz}) = 0 \quad (3.11)$$

La dérivée de q_{gaz} peut être obtenue à partir de l'équation (2.18) :

$$\dot{q}_{gaz} = k_p (\dot{P}_{CH_4} + \dot{P}_{CO_2})$$

Donc :

$$\lambda(\bar{q}_{gaz} - q_{gaz}) = k_p (\dot{P}_{CH_4} + \dot{P}_{CO_2}) \quad (3.12)$$

En substituant (2.12) et (2.13) dans l'équation précédente, nous obtenons :

$$\lambda(\bar{q}_{gaz} - q_{gaz}) - \frac{k_p}{V_{gaz}} ((-P_{CH_4} - P_{CO_2})q_{gaz} + V_{liq}T_{op}R(\rho_{CO_2} + \rho_{CH_4})) = 0 \quad (3.13)$$

Où

$$\rho_{CH_4} = \alpha_{11}\mu_3X_3 \quad (3.14)$$

A l'équilibre, S_1 , S_2 et S_3 sont constants, d'où les dérivées dans les équations (2.4), (2.5), (2.6) sont nulles. Alors :

$$\mu_3X_3 = \frac{1}{\alpha_9} (-DS_3 + \alpha_3\mu_1X_1 + \alpha_6\mu_2X_2) \quad (3.15)$$

avec :

$$\mu_1X_1 = \frac{D}{\alpha_1} (\beta_1S_{in} - S_1) \quad (3.16)$$

$$\mu_2X_2 = \frac{D}{\alpha_5} (\beta_2S_{in} - S_2) \quad (3.17)$$

En remplaçant (3.15) dans (3.14), nous obtenons :

$$\rho_{CH_4} = \alpha_{11}\frac{D}{\alpha_9} (-S_3 + \frac{\alpha_3}{\alpha_1} (\beta_1S_{in} - S_1) + \frac{\alpha_6}{\alpha_5} (\beta_2S_{in} - S_2)) \quad (3.18)$$

Ainsi, le contrôle final donné par (3.10) est obtenu par la substitution de l'équation (3.18) dans l'équation (3.13). \square

Comme le manque de certains capteurs en ligne est un inconvénient commun pour la plupart des processus de digestion anaérobie, le contrôleur synthétisé au système ADM1m doit être associé à un capteur logiciel permettant l'estimation des états non mesurables en temps réel. Pour ce faire, nous avons utilisé le modèle MAD* comme un observateur des variables inaccessibles du modèle ADM1m.

Le rendement en biogaz, étant la mesure souvent accessible dans un digesteur anaérobie, est réinjecté comme entrée au contrôleur. De plus, les sucres/lipides (S_1), les protéines (S_2), les

Acides Gras Volatiles (S_3), le carbone inorganique (C), les pressions partielles du CO_2 et CH_4 (P_{CO_2} et P_{CH_4}) sont des variables non-mesurées, mais estimées par le modèle MAD* et bouclées avec la loi de commande. La figure 3.6 illustre la structure de la loi de commande adoptée.

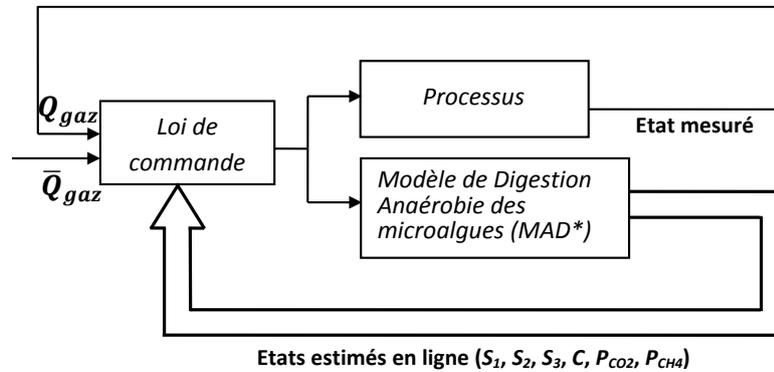


FIGURE 3.6 – Structure du contrôle du modèle ADM1m.

Par ailleurs, le débit de biogaz est fortement influencé par les conditions opératoires (figure 2.6). Sa valeur optimale est atteinte à l'aide d'un choix judicieux du taux de dilution (D) et de l'alimentation en substrat (S_{in}). Pour mieux comprendre la variation du biogaz à l'équilibre en fonction des paramètres du contrôle, nous avons simulé q_{gaz} du modèle MAD* pour des gammes suffisamment larges de D et S_{in} (Figure 3.7). L'objectif principal est de mettre en évidence les conditions opératoires idéales pour garantir un rendement optimal du biogaz.

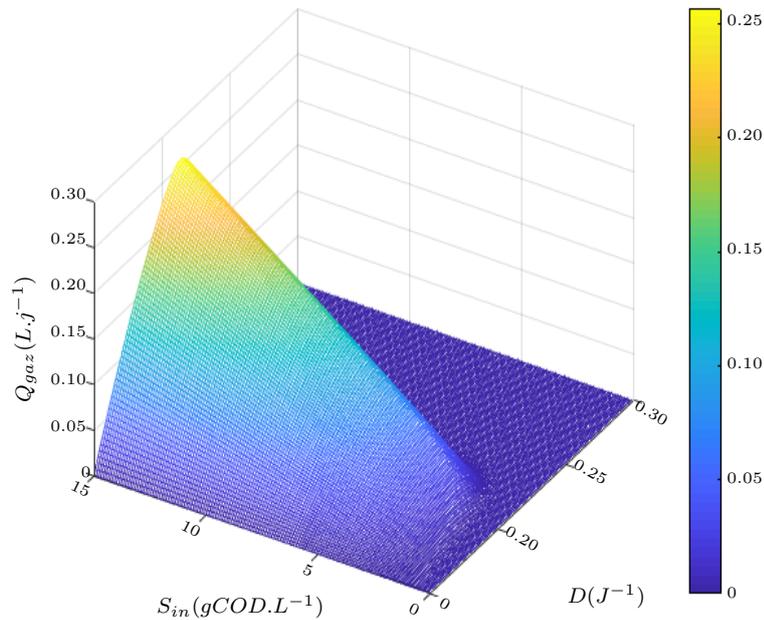


FIGURE 3.7 – Rendement en biogaz du modèle MAD* en fonction de D et S_{in}

Il est clair de la Figure 3.7 que le biogaz est produit seulement quand une faible valeur du taux de dilution est adoptée ($D \in [0.001 - 0.08] j^{-1}$). Cela implique que le fonctionnement normal du bioréacteur (quand toutes les bactéries X_1 , X_2 et X_3 existent) est garanti tant que $D \leq 0.08$. Un lessivage des bactéries méthanogènes aura lieu au delà de cette limite. Cela peut s'expliquer également par les valeurs choisies des taux de croissance maximales : les bactéries X_1 , X_2 , X_3 existent lorsque $D \leq \bar{\mu}_1$ ($0.0907 j^{-1}$), X_1 sont lessivées et X_2 , X_3 existent quand $D \leq \bar{\mu}_3$ ($0.0911 j^{-1}$), toutes les bactéries sont lessivées une fois que $D > \bar{\mu}_2$ ($0.1495 j^{-1}$).

En revanche, nous pouvons constater sur la même figure que le rendement du biogaz est proportionnel à la concentration de la charge organique : de petites valeurs de S_{in} entraînent des valeurs faibles de q_{gaz} , alors que de grandes quantités de S_{in} mènent à une production élevée de q_{gaz} . Cela paraît bien évident : plus on dégrade de la matière organique, plus on produit du biogaz. Le rendement maximum du modèle MAD* est donc, obtenu pour des valeurs importantes de S_{in} et des valeurs relativement faibles de D (plage jaune clair) : D et S_{in} appartiennent à $[0.05 - 0.09] j^{-1}$, $[13.5 - 15] gCOD.L^{-1}$, respectivement.

Ainsi, il nous semble que dans cette plage du fonctionnement, les bactéries méthanogènes courent un grand risque de lessivage vu la charge organique importante adoptée. En comparaison avec le rendement du modèle MAD (cf. figure 2.10 du chapitre 2), nous pouvons estimer que la plage “jaune clair” correspond à une zone de bistabilité de deux équilibres où le contrôle du système sera indispensable pour éviter d’opérer autour de l’équilibre du lessivage.

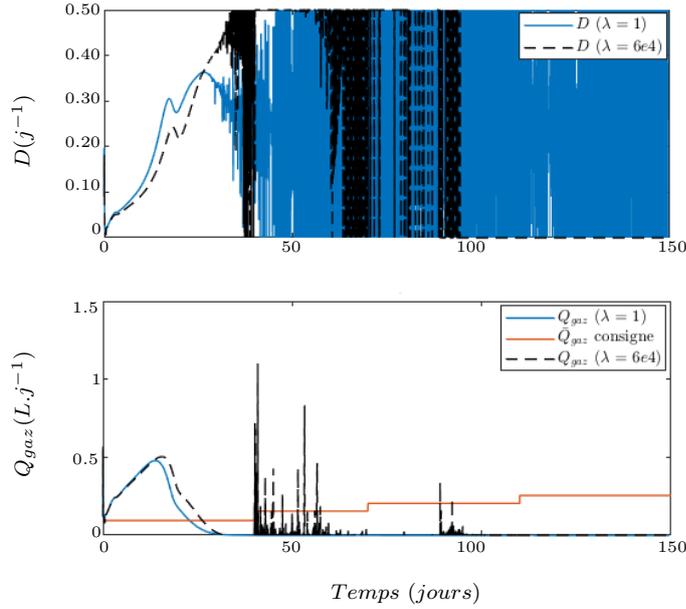


FIGURE 3.9 – La simulation de la commande $D(t)$ et de la sortie $q_{gaz}(t)$ en fonction de deux valeurs différentes de λ .

ce qui conduit au lessivage du bioréacteur.

La sortie en biogaz $q_{gaz}(t)$ ne peut suivre la consigne \bar{q}_{gaz} : la production du biogaz tend malheureusement vers 0 en raison des grandes valeurs du taux de dilution générées par le contrôleur.

Toutefois, un petit changement au niveau de la production de biogaz peut être observé quand λ prend la même grandeur du paramètre k_p ($\lambda = 6e4$). Dans ce cas, le taux de dilution calculé est de l'ordre de 0.5 (lignes noires) et des pics apparaissent au niveau de la sortie en biogaz, avec une amplitude allant de 0.02 à 1.1 $L.j^{-1}$. Ainsi, le choix du gain λ est fortement lié au coefficient k_p . Il ne permet de stabiliser la boucle du contrôle que lorsque ses valeurs sont significativement importantes pour écraser toutes les non-linéarités de la boucle de régulation.

Après avoir ramener le contrôleur à réagir aux variations de la consigne, nous avons essayé d'améliorer le suivi de consigne en augmentant λ de 3 à 30 fois ($\lambda = 3 \times 6e4 \dots 30 \times 6e4$), de telle sorte que le processus puisse atteindre le point d'équilibre désiré (Figure 3.10).

Donc, nous pouvons définir le paramètre de réglage λ comme suit :

$$\lambda = \lambda_{reaction} \times \lambda_{suivi}$$

avec $\lambda_{reaction} = 6e4$ and $\lambda_{suivi} = 3 \sim 30$.

Dans ce cas, il faut souligner que des valeurs encore plus élevées de λ ($\lambda \geq 30 \times 6e4$) ne permettent pas de mieux raffiner la réponse de q_{gaz} . Elles induisent par contre, un comportement oscillatoire du signal de la commande menant à des sorties bruitées.

En plus du suivi satisfaisant de la consigne, nous pouvons constater que la variable de commande (taux de dilution) est maintenue dans des fourchettes raisonnables comme l'illustre la figure 3.10 : la valeur du D est comprise entre 0 et 0.12 j^{-1} , donc le temps de séjour minimum est d'environ 8 jours. En revanche, il est utile de remarquer que les changements brutaux de la loi de commande $D(t)$ n'apparaissent que pour certaines valeurs de λ (10, 20, 30) en réponse à un changement en

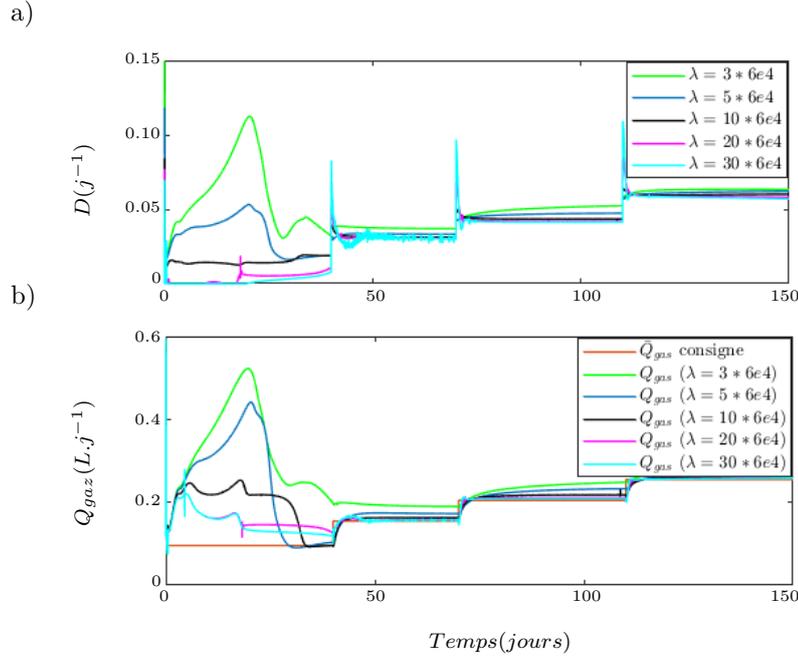


FIGURE 3.10 – Effet des valeurs élevées de λ sur la commande $D(t)$ et la sortie $q_{gaz}(t)$

échelon de la consigne (\bar{q}_{gaz}). Le comportement oscillatoire de $D(t)$ pour $\lambda = 30 \times 6e4$ peut être dû à la saturation rapide et brusque des actionneurs.

Ces résultats montrent que la loi de commande synthétisée n'est valable que pour certaines valeurs de λ . En dépit de ses quelques inconvénients, la commande par retour d'état estimé combinée à l'estimateur MAD* se présente comme une meilleure stratégie de contrôle du processus. Cela fait de l'approche proposée un outil puissant de gestion et de surveillance à mettre en oeuvre sur des digesteurs réels.

Révision de la proposition

La Proposition 3.1 tient aussi longtemps que la supposition du fonctionnement autour de l'équilibre est remplie. En d'autres termes, les résultats présentés jusque là s'appuyaient sur l'hypothèse que toutes les variables sont en régime permanent, ce qui est peu réaliste en pratique. Dans cette partie, nous vérifions et discutons la validité de cette supposition. Pour ce faire, nous avons tracé les erreurs ϵ_i ($i = 1, 2, 3$) entre le côté droit et le côté gauche des équations (3.15), (3.16) et (3.17) dans le cas de $\lambda = 6e4 \times 30$ (Figure 3.11).

Les erreurs $\epsilon_1, \epsilon_2, \epsilon_3$ sont données par les équations suivantes :

$$\epsilon_3 = \mu_3 X_3 - \frac{1}{\alpha_9} (-DS_3 + \alpha_3 \mu_1 X_1 + \alpha_6 \mu_2 X_2) \quad (3.19)$$

$$\epsilon_1 = \mu_1 X_1 - \frac{D}{\alpha_1} (\beta_1 S_{in} - S_1) \quad (3.20)$$

$$\epsilon_2 = \mu_2 X_2 - \frac{D}{\alpha_5} (\beta_2 S_{in} - S_2) \quad (3.21)$$

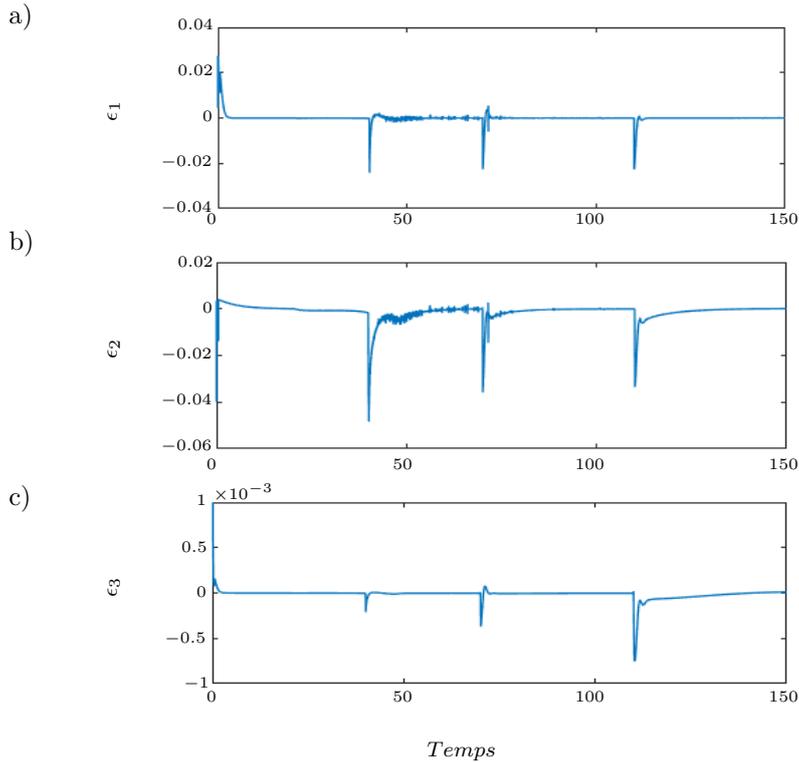


FIGURE 3.11 – Allures des erreurs ϵ_1 , ϵ_2 et ϵ_3 (test de la supposition).

Les Figures 3.11-a, 3.11-b et 3.11-c montrent que les erreurs ϵ_1 , ϵ_2 et ϵ_3 sont nulles en régime permanent. Évidemment, en régime transitoire après changements de la consigne, ces erreurs ont des pics courts avant qu'elles reviennent à la valeur zéro. Cela indique que la proposition 3.1 est toujours vérifiée : les substrats S_1 , S_2 , S_3 ainsi que les bactéries X_1 , X_2 , X_3 atteignent leurs états stationnaires lorsque des gains importants de la loi de commande sont adoptés. De telles valeurs de λ font que l'évolution du biogaz en boucle fermée soit régie par l'équation :

$$\dot{q}_{gaz} = \lambda(\bar{q}_{gaz} - q_{gaz})$$

Afin de généraliser cette supposition et étendre les résultats à un problème plus générique, nous pouvons envisager une autre approche pour dériver la formule de la loi de commande. Nous proposons de calculer le taux de dilution (le contrôle), en dérivant suffisamment l'équation du débit de biogaz donnée par (2.18). Le débit de biogaz sera alors supposé se comporter comme une boucle linéaire du deuxième ou de nième ordre.

Cela nous permettra de négliger le comportement des dynamiques internes en excluant la supposition et en ne tenant compte que de l'hypothèse 3.1.

3.5.3 Étude de robustesse

Bien que le modèle ADM1m est un modèle détaillé du bioprocédé réel, il pourrait être incertain. Dans la plupart des cas, l'estimation de ses paramètres est sujette à des erreurs numériques et expérimentales. Cela soulève la question de la légitimité et de l'efficacité de la

stratégie de commande -ainsi proposée- sur les digesteurs anaérobies quand le système (ADM1m) ou le modèle utilisé pour la synthèse (MAD*) est incertain.

Pour évaluer la robustesse du contrôleur synthétisé en présence d'incertitudes du système ou du modèle, nous avons modifié les valeurs de certains paramètres clés, comme les paramètres cinétiques et les fractions du substrats d'entrée.

3.5.3.1 Incertitudes sur le système (paramètres cinétiques)

Le biogaz découle de la dégradation des AGVs par les bactéries méthanogènes. Il est alors évident que le taux de croissance de ces dernières risque d'influencer significativement la production du biogaz.

Ainsi, les paramètres cinétiques peuvent typiquement être utilisés pour vérifier la robustesse du contrôleur. Dans cette section, nous proposons de faire un changement de $\pm 20\%$ des valeurs de k_{mac} et K_{Sac} , qui sont le taux maximum de dégradation d'acétate et la constante de demi-saturation de Monod respectivement, pour simuler la commande $D(t)$ et le biogaz $q(t)$.

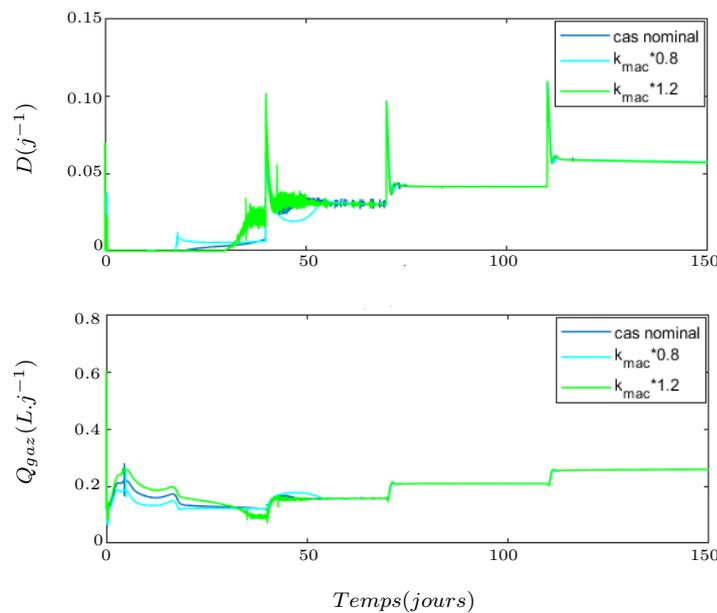


FIGURE 3.12 – Influence de l'erreur du modèle de $\pm 20\%$ sur la valeur du paramètre k_{mac}

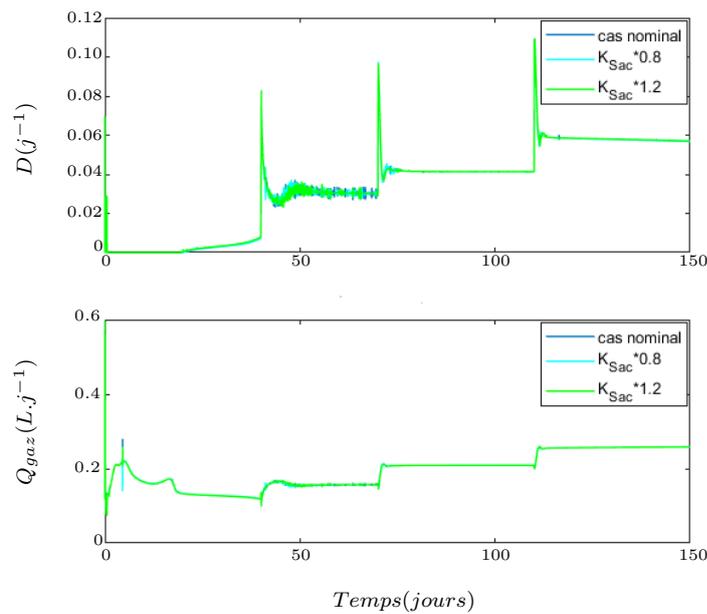


FIGURE 3.13 – Influence de l’erreur du modèle de $\pm 20\%$ sur la valeur du paramètre k_{Sac}

Les Figures 3.12 et 3.13 montrent que des éventuelles incertitudes sur les paramètres cinétiques du système n’influencent pas les performances de la loi de commande. Le contrôleur parvient à maintenir la sortie en biogaz proche ou égale à la consigne désirée dans les deux cas. Aussi sa stabilité opérationnelle est maintenue, ce qui prouve sa robustesse vis-à-vis les incertitudes des paramètres cinétiques.

3.5.3.2 Incertitudes sur le modèle (fractions de substrats en entrée)

Dans le modèle MAD* [94], les microalgues *chlorella vulgaris* sont composées de certaines fractions de sucres/lipides, protéines et inertes, définies par les coefficients β_1 , β_2 et β_I , respectivement. Cette composition varie significativement en fonction des conditions de culture et du type des microalgues utilisées [31]. Cela peut influencer la production de biogaz, susceptible d’augmenter considérablement avec des quantités importantes de composants lipidiques [155]. Dans ce qui suit, nous considérons différentes fractions d’entrée définies par : $\beta_1 = 0.51$, $\beta_2 = 0.42$, $\beta_I = 0.07$ (les valeurs par défaut sont : $\beta_1 = 0.3$, $\beta_2 = 0.4$, $\beta_I = 0.3$). Contrairement aux fractions prédéfinies, cette caractérisation de la matière organique reflète une flore microalgale riche en lipides suite à la valeur importante de β_1 .

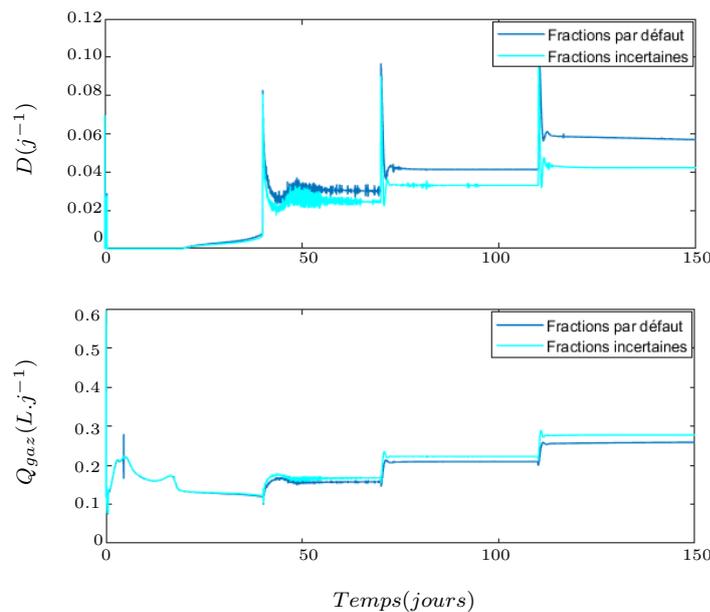


FIGURE 3.14 – La commande $D(t)$ et la sortie en biogaz $q_{gaz}(t)$ en présence d’incertitude sur $\beta_1 S_{in}$, $\beta_2 S_{in}$ et $\beta_I S_{in}$

Il ressort de la Figure 3.14 que la réponse du contrôleur en présence d’incertitudes sur les fractions de substrats en entrée présente un profil similaire à celui observé dans le cas des valeurs par défaut. Cependant, les valeurs de $D(t)$ calculées dans ce cas, sont légèrement plus petites que celles obtenues avec le modèle nominal. La production du biogaz qui en résulte est alors légèrement surestimée. Ceci pourrait s’expliquer par le fait que l’ensemble de fractions choisies, notamment des lipides, favorise davantage la production du biogaz à moindre coût ($\beta_1 S_{in}$ = substrat riche en lipides). Ainsi, la commande $D(t)$ élaborée par le contrôleur pour maintenir $q = \bar{q}$ serait plus petite.

Vu que ce décalage au niveau de $D(t)$ et $q_{gaz}(t)$ est particulièrement lié à des considérations purement biologiques de conversion, ce régulateur se révèle être robuste.

3.6 Conclusion

Bien que le modèle générique ADM1m soit souvent utilisé comme un “bioréacteur virtuel”, son utilité pour développer des stratégies de contrôle est souvent limitée par la grande complexité qu’il présente. Il est donc impératif de chercher un modèle simple, équivalent et plus synthétique, qui se prête à décrire le plus fidèlement possible le comportement du procédé. Cela a constitué le premier objectif du chapitre.

Nous avons opté pour le modèle simple MAD [117] et, nous avons proposé des relations d’équivalence entre ses variables d’état et celles du modèle ADM1m en utilisant la méthode de réduction par association de variables [84]. Le modèle équivalent ainsi proposé est nommé MAD*. Lorsqu’elle a été proposée, l’approche d’association de variables n’a jamais été évaluée à l’aide de données expérimentales. A cet égard, nous avons validé automatiquement le modèle réduit MAD*

avec des données expérimentales d'un réacteur pilote et avec des données virtuelles générées par le modèle ADM1m.

Le deuxième objectif de ce chapitre concernait l'utilisation du modèle simple MAD* pour la synthèse d'un contrôleur au digesteur réel. Dans cette optique, nous avons développé une loi de commande par retour d'état estimé pour optimiser le rendement du procédé en biogaz. Le modèle MAD* a été utilisé aussi comme un capteur logiciel pour estimer les états non mesurables du système. En simulation, nous avons mis en évidence la gamme optimale des paramètres de contrôle, ainsi que l'efficacité du modèle réduit MAD* pour la synthèse du contrôleur et l'estimation des variables inaccessibles du système ADM1m. Nous avons aussi testé la robustesse du contrôleur vis-à-vis les incertitudes des paramètres cinétiques et des coefficients du fractionnement des substrats d'entrée. Étant simple à mettre en oeuvre, la boucle de régulation semble être facilement exploitable sur des pilotes de laboratoire et des installations industrielles.

Dans le chapitre suivant, nous proposons de modifier les fractions des substrats en entrée du modèle MAD afin de l'adapter à un procédé de co-digestion des boues activées et des microalgues. Nous comparons ensuite les prédictions du modèle adapté à des simulations du modèle ADM1m ainsi qu'à des données expérimentales issues de deux réacteurs pilotes.

Chapitre 4

Application du modèle MAD à la co-digestion anaérobie des boues activées et des microalgues

Guide de lecture :

L'objectif de ce chapitre est d'adapter le modèle MAD pour décrire la co-digestion des boues activées et des microalgues. Sur la base d'une analyse de sensibilité du modèle, nous déterminons les paramètres les plus influents de la co-digestion. Nous développons ensuite une approche d'estimation des coefficients du fractionnement du substrat en entrée du modèle MAD afin de réajuster ses paramètres. Pour des fins de validation, le comportement du modèle adapté a été comparé à des données expérimentales d'un pilote réel et à des prédictions du modèle ADM1m.

4.1 Introduction

La considération économique dans les stations de traitement des eaux usées est une tâche complexe, allant de la minimisation de l'énergie d'approvisionnement en oxygène pour le traitement biologique jusqu'à la valorisation énergétique des boues en excès. Habituellement, ces sédiments résiduels ont besoin d'un traitement supplémentaire avant de les rejeter en toute sécurité dans la nature. Le procédé le plus utilisé serait la Digestion Anaérobie (DA) de ces boues permettant de produire du biogaz. Plusieurs études ont été menées sur la stabilisation des boues activées par digestion anaérobie, dans le but de leur utilisation finale dans l'agriculture ou leur élimination finale des unités de méthanisation [37].

Les boues activées peuvent être digérées séparément, ou co-digérées avec d'autres substrats de natures différentes. Les microalgues, par exemple, avec leur richesse en protéines se présentent comme un bon co-substrat aux boues activées, qui sont des matières carbonées [151]. A la différence de la mono-digestion des microalgues évoquée dans le chapitre 2, la co-digestion des boues avec les microalgues, permet à la fois de réduire la toxicité de l'azote et d'optimiser les performances du réacteur. Or, ce type de co-digestion appliqué encore à l'échelle du laboratoire, a été pour ainsi dire très peu abordé par la modélisation, faisant, à notre connaissance, l'objet d'un seul article [129]. Le modèle proposé par Nordlander [129], qui est une extension de ADM1, a une structure générique offrant l'avantage d'explorer rigoureusement les propriétés du procédé. Néanmoins, ce modèle demeure difficile à utiliser pour la synthèse des stratégies de commande.

Toutefois, la description mathématique des interactions entre les substrats reste un exercice délicat. En particulier, lorsque le but est de décrire les dynamiques macroscopiques de conversion par des modèles simples. Dans ce cas, il est préférable de développer ces derniers sur des bases solides de modélisation pour pouvoir prédire fidèlement l'évolution des populations bactériennes et des effluents au sein du bioréacteur. Mata alvarez *et coll.* [120] ont défini deux critères à considérer dans la modélisation de la co-digestion anaérobie : i) le rapport de distribution du substrat en termes de protéines, lipides, glucides et inertes, et ii) la prise en compte de la concentration de biomasse lors de la solubilisation de la matière organique, en utilisant une cinétique de Contois pour l'étape d'hydrolyse/acidogénèse. De plus, Gutzeit *et coll.* [77] et Gonzalez *et coll.* [71] ont démontré que les morphologies des boues activées et des microalgues sont similaires de point de vue biologique.

Le modèle MAD, initialement dédié à la DA des microalgues, satisfait bien les deux critères précédents. Ainsi, nous tentons dans ce chapitre de l'adapter pour décrire la co-digestion des boues activées et des microalgues. Notre contribution consiste à développer une approche d'estimation du fractionnement de la matière organique à l'entrée du modèle à partir des différents rapports d'alimentation boues activées/microalgues adoptés dans l'expérience.

Sur la base de l'équivalence montrée dans le chapitre 3 du modèle MAD avec le modèle ADM1m, proposé pour la DA des microalgues, nous soulignons aussi la flexibilité du modèle ADM1m pour décrire la co-digestion des boues activées et des microalgues.

Tout d'abord, nous présentons un bref aperçu sur les modèles de digestion et de co-digestion des boues activées. Par la suite, nous proposons une analyse de sensibilité du modèle MAD pour déterminer les paramètres les plus influents sur le comportement du système. Une approche d'estimation des coefficients du fractionnement de la matière organique à l'entrée du système

sera développée, pour déduire les rapports correspondants aux glucides/lipides, aux protéines et aux inertes dans la liqueur mixte. A la fin, nous validons l'approche proposée, en comparant les prédictions du modèle MAD adapté à la co-digestion avec des données expérimentales d'un pilote réel et, des prédictions du modèle ADM1m considéré comme processus virtuel.

4.2 Mini état de l'art sur les modèles de digestion des boues

La digestion anaérobie des boues activées a fait l'objet de nombreux travaux dans la littérature, aussi bien en expérimentation qu'en modélisation. Des modèles génériques de type ADM1 [29], ainsi que des modèles plus synthétiques [154], ont été développés pour considérer au moins une phase limitante de la digestion. Une revue sur les différents modèles de la digestion anaérobie des boues activées est proposée par Appels *et coll.* [24]. En plus de la limitation de l'étape de méthanogénèse liée aux microorganismes, un accent particulier a été mis sur la difficulté de solubilisation des boues, considérées comme substrats carbonés. Dans [135], on a souligné lors de la synthèse d'un modèle de DA des boues, que la cinétique lente de la phase d'hydrolyse pourrait empêcher les conversions biologiques. Les résultats obtenus mettent en évidence le besoin de décrire la dynamique de cette phase par une fonction différente d'un simple premier ordre. En utilisant le principe de bilan de matières, Sötmann *et coll.* ont proposé un modèle décrivant la digestion des boues activées en régime permanent [158]. Dans ce modèle, on représente la limitation de la phase d'hydrolyse/acidogénèse par quatre cinétiques différentes : premier ordre, premier ordre spécifique, Monod et Contois. Les auteurs ont validé leur modèle sur des données de différents types de boues.

La même limitation était considérée par Aboulfotoh et Ali lors de la synthèse d'un modèle de digestion anaérobie des boues. Une cinétique du Contois était ainsi adoptée pour décrire la cinétique de l'hydrolyse [14].

Etant liée à leur structure complexe, la solubilisation des boues constitue une problématique même en co-digestion, souvent utilisée comme technique pour stimuler la production du méthane. Dans un modèle simple récemment publié par Kouas *et coll.* [100], une méthode de compartimentage a été utilisée pour définir les fractions rapidement, modérément et lentement biodégradables lors de la co-digestion d'un mélange de boues primaires et secondaires.

Des questions clés demeurent posées en co-digestion de boues, d'autant liées à la nature du co-substrat à digérer, qu'à la nouveauté de cette technologie concernant l'effet du mélange des substrats, la croissance des différentes espèces dans le réacteur, l'optimisation de la rentabilité En particulier, lorsque le co-substrat est à forte capacité inhibitrice.

Ceci explique pourquoi la littérature sur la modélisation de la co-digestion des boues est peu abondante [120], notamment avec les microalgues à haute teneur en azote. En plus, la majorité des recherches réalisées sont limitées à l'évaluation d'une telle co-digestion à l'échelle expérimentale au niveau de laboratoires.

Dans ce contexte, Wang *et coll.* [166] ont prouvé l'efficacité du mélange des boues activées et des microalgues pour l'amélioration du rendement du biogaz et de la digestibilité de la biomasse. Les propriétés d'un tel mélange à une température mésophile ont été étudiées par les mêmes auteurs dans [165]. En outre, l'évaluation de cette co-digestion en termes de déshydratation et

de production de méthane a été réalisée par Rusten et Sahu [148] et Yuan *et coll.* [170]. Compte tenu des différents types d’algues et de boues, certaines recherches se sont focalisées sur la co-DA des boues activées avec la biomasse algale extraite de lipides [72] et avec les résidus de microalgues [107]. Par ailleurs, d’autres études ont trouvé que la combinaison des eaux usées et des boues septiques à la microalgue constituait une piste intéressante à explorer [74], [112].

Faible nombre de travaux théoriques ne signifie pas absence de travaux. Dans ce cadre, une approche d’estimation des paramètres cinétiques a été développée par Lee *et coll.* [105]. A partir des valeurs des coefficients de cinétiques d’hydrolyse et de méthanogénèse en mono-digestion, les auteurs ont déterminé de nouvelles valeurs appropriées à la co-digestion des boues activées et de microalgues. Concernant la modélisation phénoménologique du processus, un modèle de type ADM1 a été proposé par Nordlander [129], pour décrire d’une manière assez détaillée la co-DA des boues et des algues.

Pourtant moins appréciée par les biologistes, une représentation mathématique simple reste privilégiée pour arriver à des modèles réduits en dimension et pertinents, mais qui sont capables de reproduire des expériences réelles de la co-digestion et qui constituent un outil fiable de gestion du système.

4.3 Pilote expérimental

Les données que nous utilisons proviennent de deux réacteurs (R1 et R2) alimentés en semi-continu “*fed-batch*”, montés au Laboratoire de Biotechnologie de l’Environnement de l’INRA à Narbonne (Figure 4.1).

Ils ont un volume réactionnel de 2L chacun et sont maintenus à une température mésophile de 35°C (Figure 4.2). Le contrôle de la température est assuré par la double paroi des digesteurs R1, R2, thermostatée par circulation d’eau chauffée. Le dispositif est muni de deux agitateurs magnétiques pour garantir l’homogénéité du milieu réactionnel et donc, un contact optimal entre la biomasse et le substrat. Des capteurs du pH, du débit de gaz et de la concentration des AGVs (en équivalent acétate) sont connectés aux deux réacteurs afin d’assurer la mesure en ligne de ces grandeurs. Ces dernières sont archivées dans une base de données.

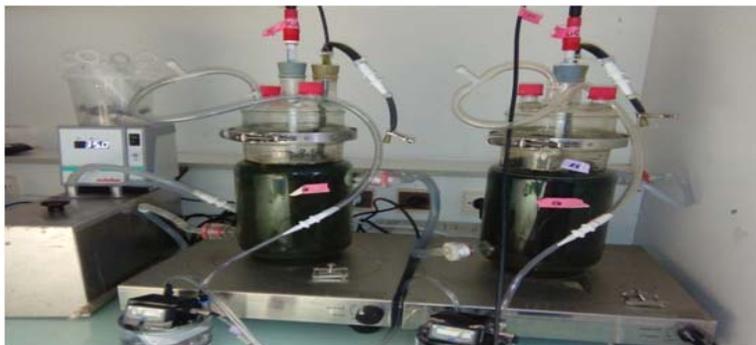


FIGURE 4.1 – Photo du dispositif expérimental : deux réacteurs pilotes (R1, R2) sont en fonctionnement ¹.

Hors ligne, la concentration de la DCO est mesurée suivant la procédure bien définie par les normes : oxydation de la matière organique par un excès de bichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) en milieu fortement acide (H_2SO_4). La composition du biogaz en sortie (CO_2 , CH_4 , N_2 , H_2 , N_2O , O_2) est analysée par une CPG (Chromatographie en Phase Gazeuse). Le système de mesure est aussi automatisé pour déterminer les concentrations *NTK* (Total Kjeldahl Nitrogen) et $N-NH_4$.

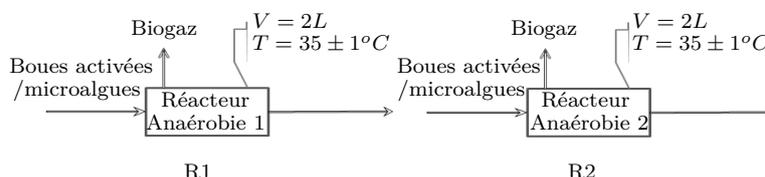


FIGURE 4.2 – Caractéristiques du dispositif expérimental.

Une succession d'alimentation en boues activées/microalgues est ainsi appliquée afin de pouvoir caractériser les cinétiques de dégradation des co-substrats et, de quantifier si possible la digestibilité des boues par rapport aux microalgues.

L'alimentation des réacteurs est appliquée quotidiennement pendant cinq jours par semaine (les week-ends, les réacteurs ne sont pas alimentés). Elle est composée de différents mélanges des deux substrats (boues et microalgues) pendant plusieurs mois (environ 430 jours). Dans l'ensemble quatre cycles d'alimentation peuvent être distingués pour les deux séries d'expériences : *F1*, *F2*, *F3* et *F4* pour R1, et *S1*, *S2*, *S3*, *S4* pour R2 (voir Figure 4.3). En effet, lors de la première série d'expériences, les rapports volumétriques Boues Activées/Microalgues appliqués au réacteur anaérobie R1 sont les suivants : 100%/0%, 75%/25%, 25%/75% et 0%/100%. Pendant la seconde série d'expériences, des proportions d'alimentation ont été appliquées au digesteur R2 de la manière suivante : 100%/0%, 50%/50%, 0%/100% et 100%/0%.

1. Photo prise du Lbe-INRA, Narbonne lors des expériences du Jordan SEIRA.

Les deux séries d'expériences menées sur R1 et R2 présentent deux stratégies de co-digestion : la première représente un passage progressif de la digestion de boues à la digestion d'algues avec deux étapes intermédiaires. Alors que la deuxième désigne une transition plus rapide de la digestion d'un premier type de substrat (boue) vers un deuxième type (microalgues) avec une seule étape intermédiaire.

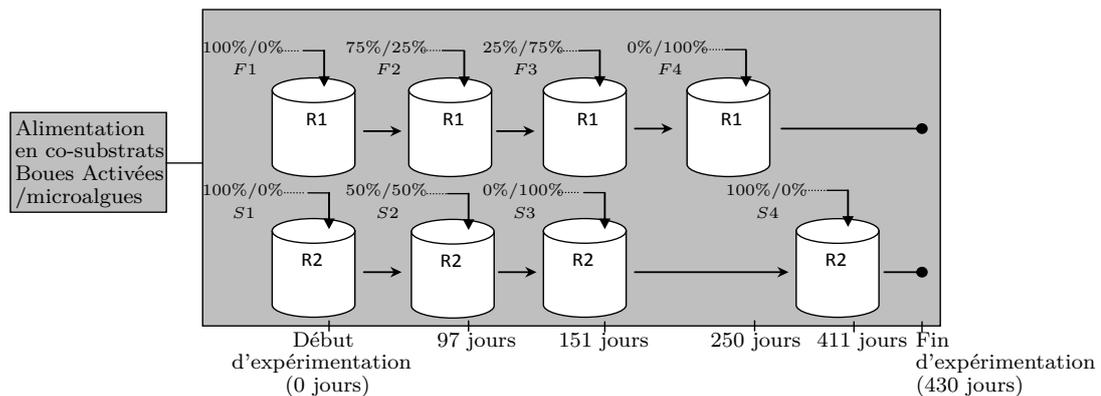


FIGURE 4.3 – Représentation schématiques des proportions des co-substrats appliquées dans les expériences.

Les entrées en termes de taux de dilution D et de la DCO du substrat d'alimentation sont montrées par les figures 4.4 et 4.5. Elles sont les mêmes pour les deux réacteurs R1 et R2 sur les 300 premiers jours des expériences et, différentes pour les jours restants (de 300 à 430 jours). Le temps de séjours moyen des deux réacteurs est de 20 jours.

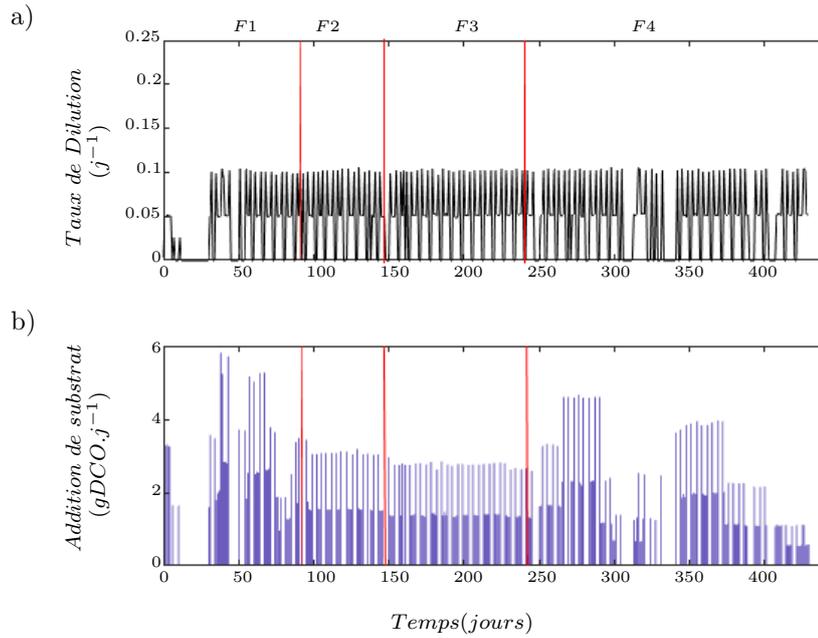


FIGURE 4.4 – Le taux de dilution et le substrat appliqués au réacteur R1. Traits rouges continus : changement du rapport d'alimentation Boues Activées/Microalgues.

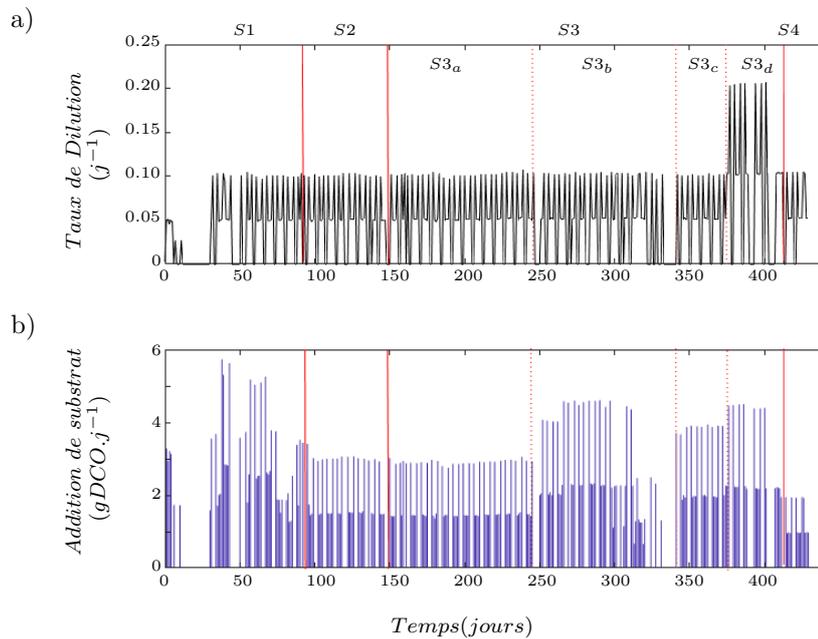


FIGURE 4.5 – Le taux de dilution et le substrat appliqués au réacteur R2. Traits rouges continus : changement du rapport d'alimentation Boues Activées/Microalgues. Traits rouges pointillés : changement de la charge organique et/ou du taux de dilution

4.4 Adaptation du modèle MAD à la co-DA Boues/microalgues

4.4.1 Planification expérimentale pour le modèle MAD

Initialement dédié à la DA des microalgues, le modèle MAD (présenté dans le chapitre 2) semble être un bon modèle pour traiter la digestion des boues activées, vu les morphologies similaires des deux substrats [77], [71].

Comme nous l'avons déjà évoqué, la DA des boues, tout comme la DA des microalgues, sont fortement limitées par l'étape d'hydrolyse. Cette limitation considérée dans le modèle MAD par la fonction cinétique de Contois, constitue aussi l'un des deux critères envisagés lors de la modélisation de la co-DA.

Le second critère complémentaire à prendre en compte, est la caractérisation de la composition du substrat d'alimentation par les coefficients du fractionnement β_i ($i = 1, 2, I$) (voir le modèle MAD dans le chapitre 2).

D'après Mata-alvarez *et coll.* [120], la présence conjointe de ces deux critères garantit une description assez fiable des cinétiques de la co-digestion. Cela qualifie le modèle MAD comme un bon candidat pour décrire la co-digestion des boues avec les microalgues. Il servira dans ce chapitre, comme un modèle de base pour planifier les deux séries d'expériences, en réalisant les tâches suivantes :

□ Tâches quotidiennes :

- Prélèvement entrée-sortie du R1, R2.
- Analyse des prélèvements : 2 réplicats pour les AGVs et la DCO.
- Le relevé de la concentration de l'azote (NTK , $N - NH_4^+$) : 2 à 3 réplicats (uniquement pour les dix premiers mois).
- Analyse par Chromatographie gazeuse.

□ Tâches hebdomadaires :

- Modification du débit d'alimentation deux fois par semaine.
- Variation arbitraire de la charge organique dans l'alimentation (concentration en matière volatile).

Le substrat (Boues Activées + microalgues) est caractérisé suivant le modèle MAD [117]. Ainsi, les entrées (D , S_{in}) du modèle sont calculées sur la base du temps de séjour et des caractéristiques du substrat illustrées dans les tableaux 4.1 et 4.2.

A partir de l'étude de sensibilité, les paramètres les plus influents du modèle MAD sont définis. Ils sont les coefficients du fractionnement du substrat en entrée β_1 , β_2 et β_I , principalement liés à la composition de la matière organique à hydrolyser. Par la suite, ces coefficients sont estimés par une approche théorique, à partir des proportions des boues activées/microalgues appliquées au cours des expériences. Les résultats de simulation sont présentés dans les sections suivantes.

TABLEAU 4.1 – Caractéristiques de l'influent du réacteur R1 ²

	F1			F2			F3			F4		
	Min	Max	Moy									
<i>pH</i>	6.62	6.99	6.9	6.63	6.68	6.65	6.66	6.91	6.79	6.90	7.11	7.04
<i>MV</i> (%)	0.62	2.16	1.46	1.01	1.01	1.01	0.86	0.91	0.88	0	1.49	0.87
<i>MV</i> (g)	0.31	4.5	2.02	1.0	2.12	1.46	0.83	1.90	1.26	0	3.15	1.21
<i>DCO_T</i> (g.L ⁻¹)	0	5.82	2.26	1.50	3.19	2.19	1.30	2.85	1.94	0	4.68	1.91
<i>NTK</i> (gN.L ⁻¹)	0.94	1.99	1.52	0.84	0.98	0.91	0.84	0.91	0.87	0.82	1.40	1.09
<i>N – NH₄</i> (gN.L ⁻¹)	0.34	0.76	0.49	0.28	0.33	0.30	0.28	0.37	0.33	0.34	0.54	0.45

TABLEAU 4.2 – Caractéristiques de l'influent du réacteur R2 ²

	S1			S2			S3			S4		
	Min	Max	Moy									
<i>pH</i>	6.62	6.9	6.78	6.63	6.68	6.65	6.66	7.11	6.94	-	-	-
<i>MV</i> (%)	0.62	2.16	1.46	1.01	1.01	1.01	0	1.49	1.04	0.62	0.62	0.62
<i>MV</i> (g)	0.31	4.5	2.02	0.31	2.12	1.46	0	3.15	2.09	0.37	0.75	0.52
<i>DCO_T</i> (g.L ⁻¹)	0	5.82	2.26	1.50	3.19	2.19	0	4.68	2.02	0.55	1.13	0.78
<i>NTK</i> (gN.L ⁻¹)	0.94	1.99	1.52	0.84	0.98	0.91	0.83	1.41	0.96	-	-	-
<i>N – NH₄</i> (gN.L ⁻¹)	0.34	0.75	0.48	0.28	0.33	0.30	0.28	0.55	0.38	-	-	-

4.4.2 Analyse de sensibilité du modèle

Puisque le modèle MAD traite la digestion anaérobie d'un substrat unique (les microalgues), son utilisation pour la co-digestion de deux substrats peut nécessiter la calibration de ses paramètres pour mieux prédire le comportement du système. Il est clair que l'ajustement de tous les paramètres du modèle est une tâche difficile et fastidieuse. Dans ce cas, une analyse de sensibilité s'avère utile et nécessaire pour déterminer les paramètres clés qui influencent fortement les réponses du modèle. Elle permet également, d'identifier et de quantifier les contributions individuelles des entrées incertaines à la sortie du système [93].

Parmi les 34 paramètres du modèle MAD, nous n'évaluons dans ce qui suit que l'influence des coefficients de fractionnement et des paramètres cinétiques, étant directement liés à la croissance bactérienne et aux réactions biologiques de conversion [117]. Les paramètres stoechiométriques définissant les quantités des matières produites et dégradées au cours du processus de digestion, ainsi que les coefficients physico-chimiques agissant sur les conversions de la matière chimique ne sont, donc, pas pris en compte lors de l'étude de sensibilité.

Nous étudions deux types de sensibilité : i) la sensibilité normalisée qui définit l'impact de chaque paramètre sur une sortie individuelle du modèle en régime permanent [137] et, ii) la sensibilité quadratique moyenne qui mesure l'influence de chaque paramètre sur l'ensemble des sorties du modèle [109]. La sensibilité normalisée est analysée par le calcul de la dérivée partielle des sorties y_i du modèle MAD par rapport à la variation de $\pm 20\%$ des valeurs des paramètres cinétiques et des coefficients de fractionnement de la charge organique (p_i). Elle est définie par la Fonction de Sensibilité Relative (RSF) [137] :

2. Données délivrées par le Lbe-INRA, Narbonne des expériences de Jordan SEIRA.

TABLEAU 4.4 – Classement des paramètres par ordre d’importance par le calcul de la sensibilité quadratique moyenne, δ_j^{msqr-} : sensibilité calculée pour $(p_i - 20\%p_i)$, δ_j^{msqr+} : sensibilité calculée pour $(p_i + 20\%p_i)$

Paramètre	δ_j^{msqr-}	Paramètre	δ_j^{msqr+}
$\bar{\mu}_3$	0.8639	$\bar{\mu}_3$	0.4682
K_{S_3}	0.4080	K_{S_3}	0.4078
β_2	0.3539	β_2	0.3554
β_I	0.2958	β_I	0.2958
β_1	0.2451	β_1	0.2440
$\bar{\mu}_2$	0.1741	K_{I,nh_3}	0.0627
K_{I,nh_3}	0.1014	$\bar{\mu}_2$	0.02
$\bar{\mu}_1$	0.0132	K_{S_1}, K_{S_2}	0.0088
K_{S_1}, K_{S_2}	0.0089	$\bar{\mu}_1$	0.0084
K_{I_3}	$1.46e-4$	K_{I_3}	$9.74e-5$

Le tableau 4.3 montre que la variation des paramètres $\bar{\mu}_2$ et $\bar{\mu}_3$ agit d’une manière inversement proportionnelle sur les concentrations de la DCO_T et les AGVs, respectivement. L’augmentation des valeurs des deux paramètres conduit à la diminution de ces concentrations.

Par contre, une relation proportionnelle (signe positif) existe entre la concentration des AGVs et le paramètre K_{S_3} , aussi entre la concentration de la DCO et le paramètre β_I . De même, le débit de biogaz q_{gaz} est fortement sensible à β_1, β_2 , tandis que le pourcentage du méthane est proportionnel au paramètre β_2 .

Le tableau 4.4 montre le classement des paramètres par ordre d’importance sur la base du calcul de $\delta_j^{msqr(\cdot)}$: du paramètre le plus influent en haut, vers le paramètre le moins influent en bas du tableau. Les paramètres cinétiques liés à la dégradation des AGVs se sont retrouvés en tête des listes, suivis immédiatement par les coefficients du fractionnement. Le reste des paramètres cinétiques viennent en dernière position avec une sensibilité négligeable ($\delta_j^{msqr(\cdot)} \leq 10^{-2}$). Le classement de ces derniers vis-à-vis δ_j^{msqr-} est différent de leur classement en fonction de δ_j^{msqr+} . Les cinq premiers paramètres sont, alors, considérés comme les plus sensibles ($\delta_j^{msqr(\cdot)} \approx 10^{-1}$).

En comparant les tableaux 4.3 et 4.4, nous pouvons constater que les paramètres révélés par la sensibilité normalisée sont les mêmes obtenus par le calcul de la sensibilité quadratique moyenne. En effet, les deux analyses de sensibilité révèlent que six paramètres sur 11 sont les plus influents : $\beta_1, \beta_2, \beta_I, \bar{\mu}_3, K_{S_3}, \bar{\mu}_2$. Ici, nous privilégions le paramètre $\bar{\mu}_2$ ($\delta_j^{msqr-} = 0.1741$) par rapport au paramètre K_{I,nh_3} ($\delta_j^{msqr+} = 0.0627$), vu l’influence considérable qu’il présente. Tous les coefficients de fractionnement se sont avérés être influents. Ils agissent sur la quantité de la DCO et sur le débit de biogaz, ce qui est peut être considéré comme évident. En effet, selon Sialve *et coll.* [155], une teneur importante en lipides améliore la production du biogaz, ce qui nous permet d’expliquer la relation proportionnelle entre le coefficient β_1 , définissant la teneur en sucre/lipides des microalgues et, le biogaz (q_{gaz}).

De même, Kovács *et coll.* ont souligné qu’une grande quantité de protéines améliore la qualité du biogaz produit, en termes de proportion de méthane [101]. Ceci est bien montré sur le tableau

4.3, dans le cas de la sensibilité de q_{gas} et $\%CH_4$ par rapport au coefficient β_2 (richesse des microalgues en protéines).

Le coefficient β_I (fraction des inertes dans la microalgue), paraît être sensible à la DCO totale. Cela peut se justifier par le fait que la DCO est composée majoritairement de matières particulaires, présentes abondamment dans la flore microalgale.

En ce qui concerne les paramètres cinétiques, il semble que trois d'entre eux sont les plus influents sur le modèle ($\bar{\mu}_2, \bar{\mu}_3, K_{S_3}$) en comparaison avec les autres ($\bar{\mu}_1, K_{S_1}, K_{S_2}, K_{I_3}, K_{I_{nh_3}}$) considérés, alors, comme des paramètres moins influents.

La sensibilité des AGVs aux paramètres $\bar{\mu}_3$ et K_{S_3} tient au fait que la dégradation des Acides Gras Volatils dépend fortement du taux de croissance bactérienne $\bar{\mu}_3(.)$ dans le milieu réactionnel. De plus, la dépendance du biogaz du taux de croissance maximale de X_2 ($\bar{\mu}_2$) est due à sa relation avec la dégradation des protéines.

Nous gardons, dans ce qui suit, les valeurs de ces paramètres cinétiques. A la différence, nous nous intéressons à l'estimation des coefficients du fractionnement de la matière organique. Ces derniers semblent être prépondérants pour avoir un atout de poids sur les processus de co-digestion dont la dynamique d'hydrolyse et la caractérisation de la matière sont d'une importance majeure.

4.4.3 Estimation des coefficients de fractionnement

Notre objectif ici est de développer une approche d'estimation des entrées du modèle MAD, en termes, des coefficients de fractionnement afin de l'adapter à la co-DA des boues activées et des microalgues.

Initialement définies en fonction des caractéristiques de la matière organique, la valeur de ces coefficients pour le mono-substrat peut être un facteur important dans leur estimation dans le cas de la co-DA. Le groupe IWA [49] a supposé que la boue est composée de 10% d'inerte soluble ($f_{sI,xc}$), 25% d'inerte particulaire ($f_{xI,xc}$), 20% des hydrates de carbone ($f_{ch,xc}$), 20% de protéine ($f_{pr,xc}$) et 25% de lipide ($f_{li,xc}$).

En outre, Mairet *et coll.* [117] ont défini les proportions des sucres/lipides, des protéines et des inertes par 30%, 40% et 30%, respectivement.

Sur la base de ces hypothèses, nous cherchons à calculer $\beta_{1E}, \beta_{2E}, \beta_{IE}$ caractérisant la composition du substrat d'entrée du modèle MAD en sucres/lipides, protéines et inertes, dans le cas de la co-DA. Les types et les ratios de co-substrats sont, ainsi, sélectionnés comme indicateurs dans l'approche proposée.

De simples relations algébriques définissent les nouveaux paramètres de fractionnement estimés :

$$\beta_{1E} = P_{BA}(f_{ch,xc} + f_{li,xc})_{DA_{boues}} + P_A(\beta_1)_{DA_{algues}}$$

$$\beta_{2E} = P_{BA}(f_{pr,xc})_{DA_{boues}} + P_A(\beta_2)_{DA_{algues}}$$

$$\beta_{IE} = P_{BA}(f_{xi,xc})_{DA_{boues}} + P_A(\beta_I)_{DA_{algues}}$$

Où P_{BA}, P_A sont les pourcentages des boues activées et des microalgues par masse de matière

volatile. $f_{sI,xc}$, $f_{xI,xc}$, $f_{ch,xc}$, $f_{li,xc}$ et $f_{pr,xc}$ représentent la teneur des boues activées en inertes solubles, inertes particulaires, sucres, lipides et protéines, respectivement. β_1 , β_2 , β_I sont les coefficients de fractionnement de la microalgue prédéfinis par Mairet *et coll.* [117]. Il est à noter que le coefficient β_1 de MAD correspond à la somme de $f_{ch,xc}$ et $f_{li,xc}$.

Ainsi, suite aux différents rapports volumétriques BA/microalgues adoptés pendant les expériences, les valeurs de β_1 , β_2 , β_I du modèle MAD sont réadaptés comme illustré dans le tableau 4.5.

TABLEAU 4.5 – Caractérisation du substrat d'alimentation de MAD : F_i ($i = 1, 2, 3, 4$) cycles d'alimentation du réacteur R1, S_i ($i = 1, 2, 3, 4$) cycles d'alimentation du réacteur R2

Période	digesteur 1	digesteur 2
[0 – 96] <i>jours</i>	F1 : 100% Boues $\beta_1 = 0.45, \beta_2 = 0.2, \beta_I = 0.35$	S1 : 100% Boues $\beta_1 = 0.45, \beta_2 = 0.2, \beta_I = 0.35$
[97 – 150] <i>jours</i>	F2 : 75% Boues /25% microalgues $\beta_1 = 0.4125, \beta_2 = 0.25, \beta_I = 0.3375$	S2 : 50% Boues /50% microalgues $\beta_1 = 0.375, \beta_2 = 0.3, \beta_I = 0.325$
[151 – 245] <i>jours</i>	F3 : 25% Boues /75% microalgues $\beta_1 = 0.3375, \beta_2 = 0.35, \beta_I = 0.3125$	S3 : 100% microalgues $\beta_1 = 0.3, \beta_2 = 0.4, \beta_I = 0.3$
[250 – 410] <i>jours</i>	F4 : 100% microalgues $\beta_1 = 0.3, \beta_2 = 0.4, \beta_I = 0.3$	S3 : 100% microalgues $\beta_1 = 0.3, \beta_2 = 0.4, \beta_I = 0.3$
[411 – 429] <i>jours</i>	F4 : 100% microalgues $\beta_1 = 0.3, \beta_2 = 0.4, \beta_I = 0.3$	S4 : 100% Boues $\beta_1 = 0.45, \beta_2 = 0.2, \beta_I = 0.35$

4.5 Résultats & discussion

Après avoir estimé les coefficients du fractionnement du modèle MAD en co-digestion, les résultats de simulation en termes de la DCO totale, des AGVs, de l'azote, du pH, du débit de gaz et du pourcentage du méthane sont présentés dans les figures 4.6 et 4.7.

Pour des fins de validation, les prédictions du modèle MAD- à coefficients de fractionnement estimés- sont confrontées aux données expérimentales des réacteurs R1, R2, également, aux prédictions du réacteur virtuel ADM1m.

4.5.1 Données expérimentales - Prédictions MAD

Une comparaison entre les données expérimentales et les sorties du modèle MAD, simulées avec les valeurs nominales et les valeurs estimées des coefficients de fractionnement β_1 , β_2 et β_i sont illustrées par les figures 4.6 et 4.7, respectivement.

Les simulations obtenues montrent qu'il y a une bonne correspondance entre les prédictions du modèle MAD, MAD-à coefficient adaptés- et les données expérimentales recueillies des réacteurs R1 et R2. La tendance moyenne est garantie même avec les valeurs nominales des coefficients de fractionnement, sauf dans le cas des sorties de l'azote inorganique N et du pH où un décalage important est observé. Ce dernier est bien éliminé une fois que les coefficients de fractionnement du modèle sont adaptés à la caractérisation du substrat d'entrée.

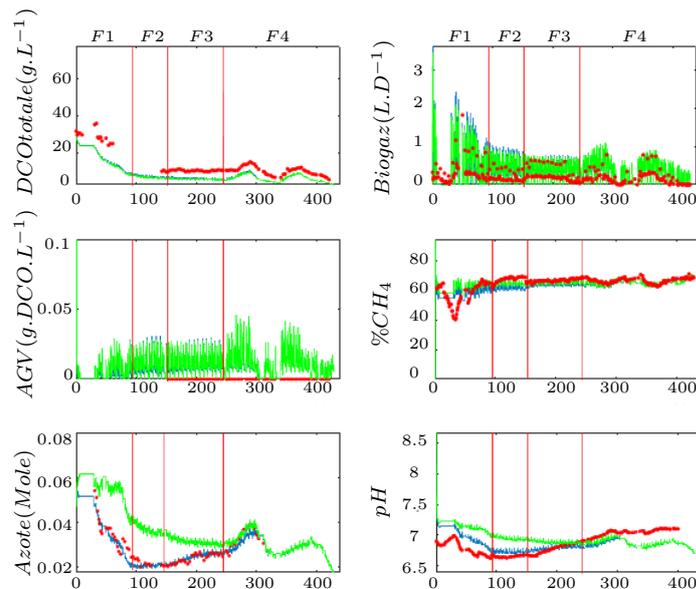


FIGURE 4.6 – Données expérimentales de R1 (points rouges), sorties du modèle MAD avec les coefficients de fractionnement nominaux (vert) et adaptés (bleu).

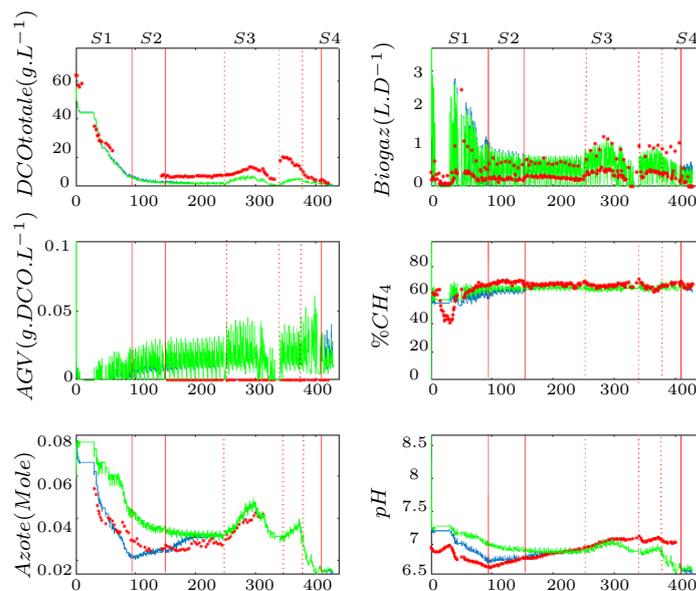


FIGURE 4.7 – Données expérimentales de R2 (points rouges), sorties du modèle MAD avec les coefficients de fractionnement nominaux (vert) et adaptés (bleu).

Ainsi, le modèle MAD - à coefficients estimés - permet de mieux caractériser la dynamique de l'azote, le pourcentage du méthane et l'évolution du pH dans les bioréacteurs R1 et R2. Toutefois, quelques petits écarts persistent : les prédictions du modèle MAD adaptés sont sous-estimées par rapport à la DCO totale et surestimées par rapport au débit de biogaz et à la concentration des AGVs, mesurés à la sortie de R1 et R2. Cela peut s'expliquer par le fait qu'on a conservé les valeurs des paramètres cinétiques dont le modèle leur est sensible : $\bar{\mu}_2$, $\bar{\mu}_3$, K_{S3} .

A ce stade, il semble qu'une optimisation de ces paramètres nous permettra d'affranchir ces écarts et de mieux cerner et comprendre les dynamiques du mélange.

Dans l'ensemble, ces résultats montrent la validité du modèle MAD- à coefficients du fractionnement estimés- de reproduire correctement les dynamiques de deux réacteurs de co-digestion. Cette approche d'estimation des coefficients du fractionnement, pour laquelle nous montrons que les performances du MAD ajusté sont aussi bonnes que le MAD original, permettra d'adapter le modèle à différentes stratégies d'alimentation, sur la base de la connaissance de la teneur des co-substrats en lipides, sucres, protéines et inertes.

Ainsi, en plus de sa structure adéquate à la co-digestion, cette flexibilité du modèle MAD, le rend capable de décrire ce type de procédé avec d'autres déchets à caractère solide.

Influence de la charge organique

Bien que différents cycles d'alimentation sont imposés (F_i, S_i avec $i = 1, 2, 3, 4$, voir figure 4.3), l'évolution des sorties est fortement corrélée à la charge organique adoptée (additions de substrats), notamment dans le cas du débit de gaz, de la DCO totale, du pH et de l'azote. La concentration des AGVs et le pourcentage du méthane semblent être peu influencées. Cela réside dans le fait que les substrats utilisés de types de déchets solides (boues ou microalgues ou le mélange des deux) sont caractérisés par un rendement énergétique important et/ou par une teneur importante en protéine ce qui agit non seulement sur la DCO et le biogaz mais aussi sur l'azote et le pH du milieu réactionnel.

En revanche, des fluctuations du pH et de la concentration de l'azote sont nettement observées, en particulier dans les cycles $F4, S4$ et $S3_d$. Ces dernières sont justifiées par la concentration considérable des microalgues (riches en protéine) adoptée pour R1, aussi par la quantité importante des boues (pauvres en protéine), appliquée en fin de la seconde série d'expériences (R2). Il est, cependant, intéressant de noter dans le cas de $S3_d$ que même en présence d'une forte charge organique, N décroît significativement. Cela s'explique par l'augmentation du taux de dilution D_{S3_d} supposé un facteur important qui parvient à alléger le risque de toxicité de l'azote.

En général, les deux stratégies d'alimentation semblent être efficaces, bien au niveau des expériences qu'au niveau des simulations, l'alternance de $F1 (S1)$ à $F2 (S2)$ puis de $F2 (S2)$ à $F3 (S3)$ à $F4 (S4)$ garantit la stabilité du fonctionnement : une valeur moyenne de production du biogaz ($0.6 L.j^{-1}$) et aucune défaillance n'est observée. Une meilleure adaptation de bactéries est donc assurée dans R1 et R2.

Influence de la nature du substrat

Aussi petite ou aussi grande qu'elle soit, la variation de la charge organique n'est pas, toutefois, responsable de certains comportements qui sont plutôt liés à la nature du substrat d'alimentation. Cela semble bien évident lorsque les prédictions sont significativement différentes i) au niveau des deux réacteurs sur les 300 premiers jours d'expériences (où ils opèrent sous les mêmes entrées), ou ii) au niveau de chaque réacteur soumis à des conditions opératoires similaires avec une variation du type d'alimentation.

En effet, à la différence du comportement qualitatif des réacteurs R1, R2, le comportement

quantitatif est peu différent. La différence majeure consiste en la concentration moyenne de l'azote mesurée dans les stades $S1$, $S3_b$, en comparaison, avec $F1$ et début $F4$: où une sécrétion importante de l'azote est observée dans $R2$.

De telles concentrations peuvent se justifier 1) par les conditions d'adaptation des bactéries dans le cas de $S1$, vu que le même type d'alimentation est appliqué au cycle $F1$, et 2) par l'ordre des cycles d'alimentation dans le cas de $S3_b$ (280ème jours), étant donné qu'une alimentation en microalgues pures était adoptée dans $R2$ depuis le 150ème jours ($S3_a$) ce qui a favorisé plus la production de l'azote par rapport à $R1$ ($F4$) dont l'alimentation en algues pures vient de commencer.

De même, si nous comparons les cycles $F2$ et $S2$ des réacteurs $R1$, $R2$, respectivement, nous remarquons que la DCO totale dans le premier cycle est légèrement plus importante que celle observée dans le second cycle, alors que la concentration de l'azote semble être plus petite. Cela est le résultat de la richesse du milieu en boues (matières particulaires) dans $F2$, et en microalgues dans $S2$ (azote).

En outre, il est possible de comparer les stades $S2$ avec $S3_a$ dans $R2$, dont la charge organique et le taux de dilution appliqués sont d'environ 3 gDCO.L^{-1} et 0.1 j^{-1} , respectivement. Malgré le maintien de la charge organique et du taux de dilution à des valeurs fixes, la transition de (50% boues, 50% algues) à (0% boues, 100% algues) conduit à une légère décroissance de la concentration de la DCO totale aussi à une augmentation importante de la concentration de l'azote et du pH ($S3_a$). Ce passage n'induit par contre aucun changement au niveau de q_{gaz} , $\%CH_4$ et AGVs. Cela est bien évident suite à l'absence des boues, d'un côté, et la richesse des microalgues en protéines, d'un autre côté. Ainsi, une forte teneur de l'azote mènent à des milieux basiques.

Au sein du même réacteur, la transition de $S3$ à $S4$ c'est à dire de (0% boues, 100% algues) à (100% boues, 0% algues) provoque, d'après les simulations, une chute brutale de la concentration de l'azote et du pH. Il paraît donc qu'un changement direct du substrat d'alimentation risque de déstabiliser le fonctionnement du digesteur. Il est donc conseillé d'alterner progressivement, en passant par, au moins, une étape intermédiaire.

4.5.2 Données expérimentales - Prédiction ADM1m

Comme nous avons déjà évoqué dans le chapitre 3, Mairet *et coll.* [117] ont montré que les prédictions du modèle MAD sont similaires à celles présentées par le modèle ADM1m. Cette équivalence nous a motivé à évaluer la capacité du modèle ADM1m de décrire la co-digestion des boues activées avec la biomasse microalgale. En utilisant l'approche d'estimation des coefficients du fractionnement ainsi proposée, nous avons caractérisé, au cours de chaque campagne d'alimentation, le substrat en entrée en tenant compte du rapport des glucides, des protéines, des lipides, des inertes solubles et particulaires. Nous avons supposé que les sucres et les lipides représentent 26% et 74% de la masse totale de la matière volatile des microalgues, alors que les inertes solubles et particulaires ont des proportions de 0% et 100% de leur masse en inertes [118]. Les coefficients de fractionnement sont, donc, estimés comme suit :

$$f_{ch,xcE} = P_{BA}(f_{ch,xc})_{DA_{boues}} + 0.26P_A(\beta_1)_{DA_{algues}}$$

$$\begin{aligned}
f_{li,xcE} &= P_{BA}(f_{li,xc})_{DA_{boues}} + 0.74P_A(\beta_1)_{DA_{algues}} \\
f_{pr,xcE} &= P_{BA}(f_{pr,xc})_{DA_{boues}} + P_A(\beta_2)_{DA_{algues}} \\
f_{si,xcE} &= P_{BA}(f_{si,xc})_{DA_{boues}} + 0P_A(\beta_I)_{DA_{algues}} \\
f_{xi,xcE} &= P_{BA}(f_{xi,xc})_{DA_{boues}} + 1P_A(\beta_I)_{DA_{algues}}
\end{aligned}$$

Les valeurs des coefficients adoptées pour les deux digesteurs sont illustrées dans le Tableau 4.6.

TABLEAU 4.6 – Caractérisation du substrat d'alimentation de ADM1m : Fi ($i = 1, 2, 3, 4$) cycles d'alimentation du réacteur R1, Si ($i = 1, 2, 3, 4$) cycles d'alimentation du réacteur R2

Période	digesteur 1	digesteur 2
[0 – 96]jours	F1 : 100%Boues $f_{ch,xc} = 0.2, f_{li,xc} = 0.25, f_{pr,xc} = 0.2,$ $f_{sI,xc} = 0.1, f_{xI,xc} = 0.25$	S1 : 100%Boues $f_{ch,xc} = 0.2, f_{li,xc} = 0.25, f_{pr,xc} = 0.2,$ $f_{sI,xc} = 0.1, f_{xI,xc} = 0.25$
[97 – 150]jours	F2 : 75%Boues/25%microalgues $f_{ch,xc} = 0.17, f_{li,xc} = 0.2425, f_{pr,xc} = 0.25,$ $f_{sI,xc} = 0.075, f_{xI,xc} = 0.2625$	S2 : 50%Boues/50%microalgues $f_{ch,xc} = 0.14, f_{li,xc} = 0.235, f_{pr,xc} = 0.3,$ $f_{sI,xc} = 0.05, f_{xI,xc} = 0.275$
[151 – 245]jours	F3 : 25%Boues/75%microalgues $f_{ch,xc} = 0.11, f_{li,xc} = 0.2275, f_{pr,xc} = 0.35,$ $f_{sI,xc} = 0.025, f_{xI,xc} = 0.2875$	S3 : 100% microalgues $f_{ch,xc} = 0.08, f_{li,xc} = 0.22, f_{pr,xc} = 0.4,$ $f_{sI,xc} = 0, f_{xI,xc} = 0.3$
[250 – 410]jours	F4 : 100% microalgues $f_{ch,xc} = 0.08, f_{li,xc} = 0.22, f_{pr,xc} = 0.4,$ $f_{sI,xc} = 0, f_{xI,xc} = 0.3$	S3 : 100% microalgues $f_{ch,xc} = 0.08, f_{li,xc} = 0.22, f_{pr,xc} = 0.4,$ $f_{sI,xc} = 0, f_{xI,xc} = 0.3$
[411 – 429]jours	F4 : 100% microalgues $f_{ch,xc} = 0.08, f_{li,xc} = 0.22, f_{pr,xc} = 0.4,$ $f_{sI,xc} = 0, f_{xI,xc} = 0.3$	S4 : 100% Boues $f_{ch,xc} = 0.2, f_{li,xc} = 0.25, f_{pr,xc} = 0.2,$ $f_{sI,xc} = 0.1, f_{xI,xc} = 0.25$

Les sorties du modèle ADM1m avec les valeurs nominales et estimées des coefficients du fractionnement, aussi avec les sorties mesurées des réacteurs R1 et R2 sont données par les figures 4.8, 4.9.

Nous pouvons voir à partir des Figures 4.8 et 4.9 que le modèle ADM1m n'est pas sensible à la variation de la caractérisation du substrat : les prédictions du modèle complexe sont identiques dans le cas des valeurs nominales et adaptées des coefficients du fractionnement. Cela a déjà été souligné par l'étude de Feng *et coll.* [64] qui ont prouvé que l'ADM1 n'est sensible qu'à la fraction des Acides Gras à Chaîne Courte du substrat d'alimentation.

Ce modèle, bien que insensible aux coefficients de fractionnement de la matière organique, semble être capable de décrire la tendance moyenne du processus de co-digestion du fait de la rigueur et la flexibilité de sa forme standard. Ainsi, ADM1m prédit le pH, % CH_4 , DCO_T , l'azote et le biogaz pour les deux réacteurs R1 et R2 avec une légère dérive. Une surestimation importante est, cependant, observée au niveau des simulations des AGVs dont nous pouvons justifier par l'incompatibilité des valeurs de certains paramètres cinétiques.

Ainsi, une calibration de ces paramètres, particulièrement liés à la phase d'hydrolyse, permettra d'affranchir ces écarts et d'améliorer les prédictions, tel que l'a proposé Nordlander [129] qui ont

utilisé une extension du modèle ADM1 pour simuler une telle co-digestion.

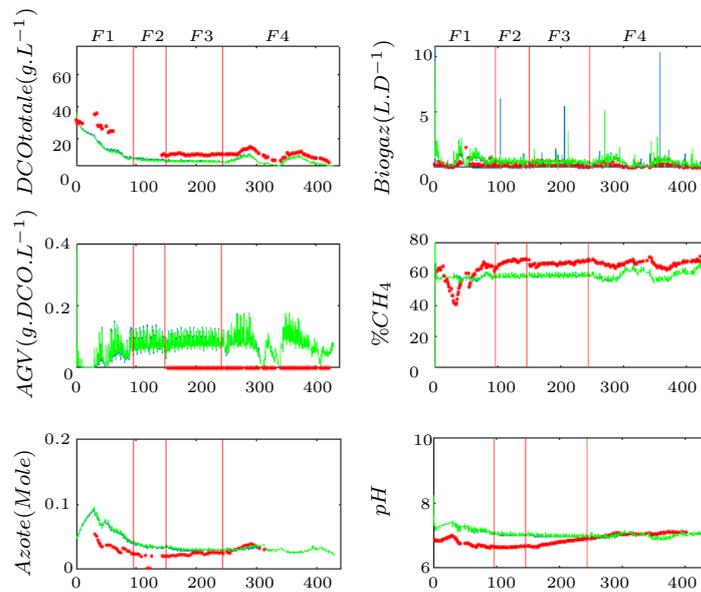


FIGURE 4.8 – Données expérimentales de R1 (points rouges), modèle ADM1m avec coefficients de fractionnement nominaux (vert), modèle ADM1m avec coefficients de fractionnement adaptés (bleu).

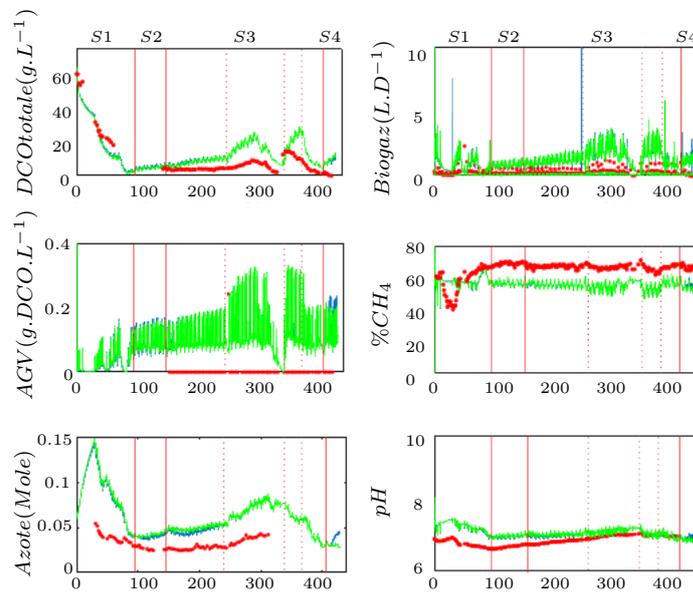


FIGURE 4.9 – Données expérimentales du réacteur R2 (points rouges), modèle ADM1m avec coefficients de fractionnement nominaux (vert), modèle ADM1m avec coefficients de fractionnement adaptés (bleu).

4.5.3 ADM1m vs MAD

En se basant sur la méthode “*d’association de variables d’états*” présentée dans le chapitre 3 (*cf.* section 3.4.2), nous comparons maintenant les sorties du modèle ADM1m avec celles du modèle MAD à coefficients estimés. Les deux modèles sont soumis aux mêmes conditions opératoires des réacteurs R1 et R2, afin de pouvoir évaluer leur comportements vis-à-vis les mesures réelles. Les prédictions des modèles MAD et ADM1m sont données par les figures 4.10 et 4.11.

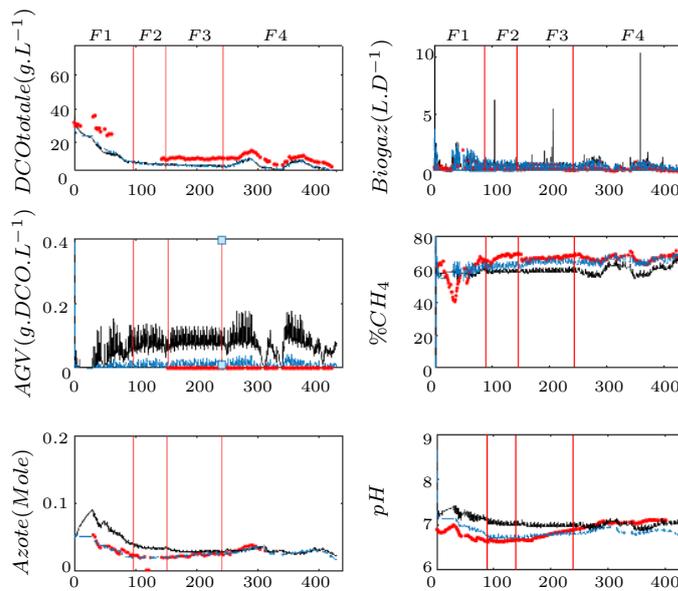


FIGURE 4.10 – Données expérimentales de R1 (points rouges), modèle MAD avec coefficients de fractionnement adaptés (bleu), modèle ADM1m (noir).

Les modèles ADM1m et MAD -à coefficients de fractionnement adaptés- affichent tout au long des expériences des tendances qualitatives similaires pour les réacteurs R1 et R2.

En termes du comportement quantitatif, les AGVs de MAD, dans le cas de la première série d’expérience, variaient entre 0 et 0.03 ($gDCO.L^{-1}$) alors que ceux de ADM1m variaient entre 0.05 et 0.13 ($gDCO.L^{-1}$), le débit de gaz variait entre 0 et 2.27 ($L.j^{-1}$), tandis que la valeur de biogaz prédite par ADM1m variait entre 0 et 10.16 ($L.j^{-1}$). De plus, la DCO de MAD est comprise entre 3.43 et 29.74 ($g.L^{-1}$), alors que pour l’ADM1m, elle est comprise entre 3.44 et 33.37 ($g.L^{-1}$). Pour la concentration de l’azote, elle se situe entre 0.02 et 0.05 (M) pour MAD et entre 0.02 et 0.09 (M) pour ADM1m. En ce qui concerne le pourcentage du méthane, il est de l’ordre de 66% dans MAD et de 62% dans ADM1m.

Cependant, dans le cas de la seconde série d’expérience, les AGVs de MAD sont compris entre 0 et 0.33 ($gDCO.L^{-1}$), le débit maximum de gaz du modèle MAD c’est 2.69 et celui d’ADM1m c’est 10.98 ($L.j^{-1}$). La DCO et l’azote varient dans les gammes $[7.62 - 43.68](g.L^{-1})$, $[0.015 - 0.067](M)$ et $[10.49 - 57.07](g.L^{-1})$, $[0.06 - 0.14](M)$ pour MAD et ADM1m, respectivement. Le méthane, quant à lui, présente une proportion de 65% pour MAD, et de 56% pour ADM1m.

Ainsi, à la différence de R1, les sorties du modèle ADM1m dans le cas de R2 sont significativement importantes en termes d’ordre de grandeur, ce qui peut être dû aux conditions initiales

différentes adoptées lors des simulations.

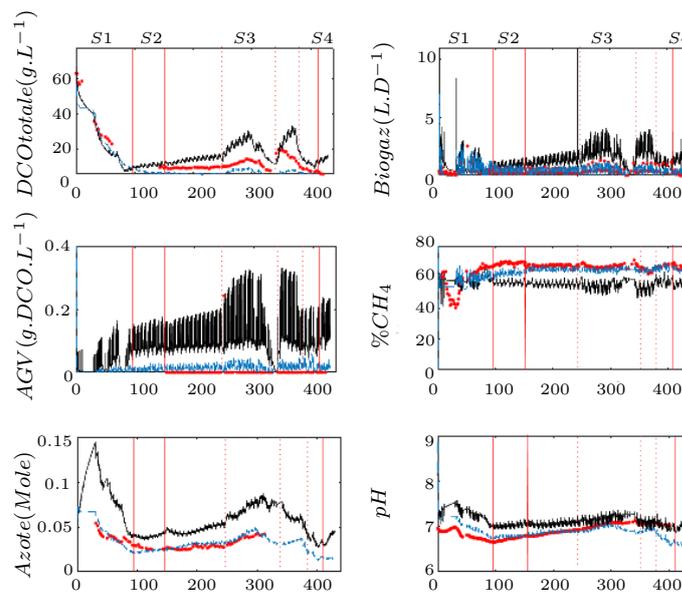


FIGURE 4.11 – Données expérimentales de R2 (points rouges), modèle MAD avec coefficients de fractionnement adaptés (bleu), modèle ADM1m (noir).

Dans l'ensemble, le comportement global des modèles MAD et ADM1m met en évidence la capacité du modèle MAD à reproduire plus efficacement les données expérimentales que le modèle ADM1m. En particulier, dans le cas des prédictions d'AGVs, du $\%CH_4$, de l'azote et du pH.

La différence majeure entre les deux modèles découle du fait que ADM1m compte les acides propioniques, valériques, butyriques et acétiques alors que MAD considère l'acide acétique, comme le seul acide présent lors des expériences. Cela explique la surestimation considérable des prédictions d'AGVs et les pics notables du débit de gaz.

En revanche, l'insensibilité du modèle ADM1m à la caractérisation du substrat d'alimentation est responsable de la dérive importante de ses prédictions de l'azote et du $\%CH_4$ par rapport aux données. Comme cette caractérisation est l'un des critères des modèles de co-DA, le modèle ADM1m n'est pas aussi bien qualifié pour décrire ces bioprocédés tel que le modèle MAD -à coefficients estimés-, considéré, donc, comme un modèle de co-DA des boues activées et des microalgues.

4.6 Conclusion

L'approche proposée dans ce chapitre consiste en l'estimation des rapports de glucides/lipides, protéines et inertes de la matière organique lors de la co-digestion des boues avec les microalgues. En se basant sur un modèle de digestion anaérobie des microalgues (MAD), nous avons évalué les sorties de deux réacteurs pilotes par une simple adaptation de ses coefficients de fractionnement

aux différents mélanges adoptés lors des expériences.

En comparaison avec les prédictions du modèle ADM1m, nous avons montré que le modèle MAD - avec des coefficients de fractionnement adaptés - reproduit plus efficacement les données expérimentales que ADM1m, qui semble être insensible à la variation de ces paramètres. Ainsi, le modèle adapté nous a offert un aperçu sur les dynamiques internes d'un procédé de co-digestion, ce qui constitue une tâche "*défi*" dans les études expérimentales.

Conclusion générale

Des ressources naturelles surexploitées et un environnement extrêmement pollué, sont les tristes répercussions du développement industriel du monde. Face à cette situation critique, il est urgent d'instaurer des politiques plus rationnelles, suffisamment saines pour préserver notre planète. Dans ce sens, le traitement des eaux usées et des déchets avant de les rejeter en milieux récepteurs, est devenu une obligation. En fait, les eaux usées "dépolluées" représentent une ressource alternative aux eaux conventionnelles, qui peuvent être réutilisées en industrie et en agriculture. C'est un véritable changement de paradigme : réduire la pollution et réutiliser les eaux traitées.

La Digestion Anaérobie (DA) est une technologie prometteuse du traitement des eaux usées et des déchets organiques par voie biologique. Elle permet aussi de produire du biogaz, valorisable en énergie renouvelable, équivalente aux énergies fossiles (carburant, charbon, ...). Toutefois, les effluents à traiter viennent de différents rejets et contiennent souvent des concentrations élevées d'azote, d'origine animale ou végétale, des pesticides et des engrais. L'azote en excès est hyper toxique pour la faune aquatique (poisson) et, également, très nocif pour la croissance des bactéries fermentatives utilisées en DA. Il entraîne dans la plupart des cas, des inhibitions du processus difficilement maîtrisables.

Afin d'éviter ces situations critiques, menant souvent à l'arrêt du processus, il est nécessaire d'étudier rigoureusement le système de la DA des substrats riches en azote, de comprendre l'influence des paramètres du contrôle (le débit et la charge organique en entrée du système) sur le comportement du processus et de définir les dynamiques internes lorsque différents substrats sont en co-digestion.

Dans le cadre de cette thèse, nous avons évalué le traitement des effluents riches en protéines par deux voies : la mono-digestion anaérobie des substrats complexes et la co-digestion de deux substrats mélangés de nature hétérogène. En mono digestion, nous avons effectué une étude mathématique rigoureuse d'un modèle de DA des microalgues (modèle MAD [117]), et nous l'avons calé sur des données virtuelles générées par le modèle phénoménologique ADM1m [118] de la DA, en utilisant une technique de réduction de modèles. En co-digestion, nous avons essayé d'adapter le modèle MAD afin de représenter d'une manière plus précise la co-digestion des microalgues et des boues activées dans un pilote du Laboratoire de Biotechnologie et de l'Environnement (LBE).

Bien que les intérêts de tels processus sont multiples, l'objectif principal consiste en l'optimisation de ce genre de procédé par l'adoption des conditions optimales du fonctionnement, l'application des stratégies de commande maximisant la production du biogaz, l'utilisation de la co-digestion réputée pour sa capacité de réduire la toxicité et améliorer le rendement en biogaz.

Dans le premier chapitre de ce manuscrit, nous avons présenté une étude bibliographique sur la DA des microalgues, largement considérées comme substrats riches en protéines. En présence d'un risque potentiel de toxicité par excès d'azote, nous avons insisté sur la nécessité de bien comprendre et maîtriser les dynamiques de ce bioprocédé, particulièrement liées à l'impact des paramètres du contrôle sur le seuil d'inhibition de la digestion anaérobie. Afin d'accomplir cette tâche, on doit se référer à des modèles mathématiques fiables, permettant de définir les conditions optimales du fonctionnement et d'appliquer du contrôle automatique.

Le second chapitre de cette thèse a été consacré à l'étude mathématique du modèle MAD de la DA des micro-algues [117]. Nous avons analysé ses équilibres, leurs conditions d'existence et leurs propriétés qualitatives (nature de stabilité et bifurcation). Nous avons trouvé que ce modèle de trois réactions biologiques réalisées en deux étapes admet au plus 10 équilibres. Le comportement qualitatif du système a été analysé numériquement par des diagrammes opératoires pour explorer à quel point les paramètres du contrôle agissent sur la toxicité du système. Dans ce cadre, nous avons montré qu'une augmentation du taux de dilution du bioréacteur atténue le risque d'inhibition, alors qu'une hausse de la charge organique et de l'azote inorganique en entrée le favorise. Ainsi, le mode de fonctionnement normal du bioréacteur (toutes les bactéries coexistent et un seul équilibre est stable) est obtenu pour un taux de dilution (D), une charge organique (S_{in}) et une concentration d'azote inorganique (N_{in}) appartenant aux plages $[0.001 - 0.05] j^{-1}$, $[0.03 - 28] gCOD.L^{-1}$ et $[0 - 0.2] M$, respectivement. En revanche, le rendement du procédé s'avère optimal dans la zone de bistabilité lorsque le fonctionnement autour de l'équilibre intérieur est garanti. Dans ce cas, nous avons souligné l'importance des méthodes de contrôle et d'optimisation pour opérer le système dans de telles zones de fonctionnement potentiellement risquées. Notre étude a montré aussi que le pH, qui joue sur les équilibres acido-basiques, doit être neutre lors de la DA des microalgues. L'application de ce modèle dans le cas des pH acides se révèle être cependant limitée par l'incompatibilité de la valeur du paramètre K_{I3} , la constante d'inhibition de Haldane.

Dans le chapitre 3, notre première contribution en mono-digestion a été de proposer un modèle réduit de DA dérivé d'un modèle complexe type ADM1 [118]. Sur la base des modèles MAD et ADM1 adapté à la DA des microalgues (nommé ADM1m), nous avons développé des relations d'équivalence algébriques entre les variables d'états des deux modèles. En prenant en compte le taux de mortalité des bactéries dans le modèle MAD, nous avons identifié les valeurs de ses paramètres, à partir des données virtuelles générées par le modèle complexe ADM1m. Les résultats obtenus d'équivalence des deux modèles montrent que le modèle réduit appelé MAD* pourrait être un bon candidat pour le contrôle du système réel.

Dans ce cadre, nous avons développé un contrôle par retour d'états estimés, en utilisant le modèle MAD* et nous l'avons appliqué sur le système complexe ADM1m. Comme le manque de capteurs physiques est une problématique commune de la plupart des stratégies de commande, nous avons utilisé le modèle MAD* pour estimer certaines variables et cinétiques biologiques non mesurables dans la boucle de régulation. Par la suite, nous avons mis en évidence l'efficacité du contrôleur synthétisé pour la maximisation de la rentabilité en biogaz ainsi que sa robustesse, vis-à-vis les incertitudes paramétriques du système et du modèle de synthèse.

Outre la mono-digestion, la co-digestion est une option prometteuse dans le cas des substrats à fort pouvoir inhibiteur. Cependant, l'imprévisibilité des interactions bactériennes fait que les recherches liées à sa modélisation sont très peu abordées. Le chapitre 4 concerne l'adaptation du modèle MAD pour décrire la co-digestion des boues activées avec les microalgues. En utilisant une approche d'estimation de la composition de la matière organique polluante (fractions des protéines, inertes, lipides et sucres) - basée initialement sur les ratios des co-substrats-, nous avons réussi à prédire le comportement de deux réacteurs pilotes en co-digestion (boues activées-microalgues). Par des simulations numériques, nous avons montré, également, que le modèle simple MAD -à coefficients adaptés- reproduit les données expérimentales mieux que le modèle complexe ADM1m, qui est visiblement insensible à la variation de la composition de l'effluent à traiter.

Des contributions importantes ont été apportées dans le cadre de notre travail. Néanmoins, nous pourrions regretter que certains aspects n'étaient pas évoqués pour des contraintes de temps. Ainsi, de nombreuses perspectives peuvent faire suite à notre travail.

Tout d'abord, il convient d'étendre les résultats d'analyse du modèle MAD au cas où le pH n'est pas constant, afin d'explorer les propriétés qualitatives génériques du modèle. Cela sera utile pour savoir comment procéder sous différents pH du système, aussi bien dans le cas d'une large gamme de la charge organique et du taux de dilution.

Bien que la loi de commande est assez simple d'un point de vue théorique, nous n'avons pas eu l'occasion de la tester en pratique sur des installations réelles. Il nous appartient désormais de l'implémenter au moins à l'échelle du laboratoire. Etant basé sur les résultats du modèle MAD en co-digestion (chapitre 4), nous pouvons aussi penser à utiliser ce régulateur pour contrôler des procédés de co-digestion boues/microalgues en réajustant les coefficients du modèle suivant les ratios appliqués des co-substrats.

Un autre aspect qu'il faudra développer concerne les dynamiques internes du contrôleur. Afin de généraliser la proposition, nous pourrions envisager une autre approche pour dériver la formule de la loi de commande. En se basant sur un nombre assez suffisant des dérivées de l'expression du débit de gaz, nous proposons d'effectuer le calcul du taux de dilution approprié : le flux de biogaz sera alors supposé se comporter comme une boucle linéaire du deuxième, du troisième ... ou de Nième ordre. Cela permettra d'étendre les résultats à un problème plus général en négligeant le comportement des dynamiques du système en régime permanent.

Dans la mesure où la modélisation de la co-digestion est un enjeu majeur, il nous semble assez intéressant de tester l'approche d'adaptation sur d'autres expériences de co-DA, traitant des substrats solides à fort pouvoir inhibiteur. Bien entendu, nous pourrions ainsi, optimiser les paramètres cinétiques sensibles du modèle MAD - à coefficients adaptés- afin d'améliorer au mieux ses prédictions vis-à-vis les données expérimentales. Cela aura pour objectif d'enrichir la filière de co-digestion quasiment vierge des modèles mathématiques, particulièrement, lorsqu'il s'agit des effluents complexes dont la digestion est fortement limitée par la phase d'hydrolyse.

Annexes

A Calcul analytique de la nature des équilibres (cf. section 2.4)

Le système (2.4)-(2.10) constitue la forme réduite du modèle MAD écrit dans les variables $[S_1, S_2, S_3, X_1, X_2, X_3, N]$. Lorsque nous considérons $\xi = [S_1, X_1, S_2, X_2, S_3, X_3, N]^T$, le vecteur d'état du modèle, la matrice jacobienne sera décrite comme une structure bloc-diagonale :

$$J = \begin{pmatrix} A & 0_{2*2} & 0_{2*3} \\ 0_{2*2} & B & 0_{2*3} \\ E & F & C \end{pmatrix}$$

où :

$$A = \begin{pmatrix} -D - \alpha_1 X_1 \mu'_{1S} & -X_1 \alpha_1 \mu'_{1X} - \alpha_1 \mu_1(S_1^*, X_1^*) \\ X_1 \mu'_{1S} & \mu_1(S_1^*, X_1^*) - D + X_1 \mu'_{1X} \end{pmatrix},$$

$$B = \begin{pmatrix} -D - \alpha_5 X_2 \mu'_{2S} & -X_2 \alpha_5 \mu'_{2X} - \alpha_5 \mu_2(S_2^*, X_2^*) \\ X_2 \mu'_{2S} & \mu_2(S_2^*, X_2^*) - D + X_2 \mu'_{2X} \end{pmatrix},$$

$$E = \begin{pmatrix} \alpha_3 X_1 \mu'_{1S} & \alpha_3 X_1 \mu'_{1X} + \alpha_3 \mu_1(S_1^*, X_1^*) \\ 0 & 0 \\ -\alpha_2 X_1 \mu'_{1S} & -\alpha_2 \mu_1(S_1^*, X_1^*) - \alpha_2 X_1 \mu'_{1X} \end{pmatrix},$$

$$F = \begin{pmatrix} \alpha_6 X_2 \mu'_{2S} & \alpha_6 X_2 \mu'_{2X} + \alpha_6 \mu_2(S_2^*, X_2^*) \\ 0 & 0 \\ \alpha_7 X_2 \mu'_{2S} & \alpha_7 \mu_2(S_2^*, X_2^*) + \alpha_7 X_2 \mu'_{2X} \end{pmatrix},$$

$$C = \begin{pmatrix} C11 & C12 & C13 \\ C21 & C22 & C23 \\ C31 & C32 & C33 \end{pmatrix}.$$

avec :

$$\mu'_{2X} = \frac{\partial \mu_2(S_2^*, X_2^*)}{\partial X_2}, \quad \mu'_{3S} = \frac{\partial \mu_3(S_3^*, N^*)}{\partial S_3}, \quad \mu'_{3N} = \frac{\partial \mu_3(S_3^*, N^*)}{\partial N}$$

et

$$\mu'_{1S} = \frac{\partial \mu_1(S_1^*, X_1^*)}{\partial S_1}, \quad \mu'_{1X} = \frac{\partial \mu_1(S_1^*, X_1^*)}{\partial X_1}, \quad \mu'_{2S} = \frac{\partial \mu_2(S_2^*, X_2^*)}{\partial S_2},$$

$$\begin{aligned} C11 &= -D - \alpha_9 X_3 \mu'_{3S} & , & \quad C12 = -\alpha_9 \mu_3 & \quad , & \quad C13 = -\alpha_9 X_3 \mu'_{3N} \\ C21 &= X_3 \mu'_{3S} & , & \quad C22 = -D + \mu_3 & \quad , & \quad C23 = X_3 \mu'_{3N} \\ C31 &= -\alpha_{10} X_3 \mu'_{3S} & , & \quad C32 = -\alpha_{10} \mu_3 & \quad , & \quad C33 = -D - X_3 \alpha_{10} \mu'_{3N} \end{aligned}$$

Les valeurs propres de la matrice jacobienne sont les valeurs propres des matrices A, B et C. Comme A et B sont des matrices carrées d'ordre 2, nous pouvons calculer leur trace et leur déterminant. Pour garantir la stabilité du système : les traces doivent être négatives et les déterminants doivent être positifs.

La stabilité de la matrice C peut être testée en utilisant le critère de Routh-Hurwitz, en particulier dans le cas des équilibres E_5^i et E_7^i . Par exemple

- Le calcul de la matrice jacobienne à l'équilibre E_1 donne :

$$\begin{aligned} A &= \begin{pmatrix} -D & -\alpha_1 \mu_1(\beta_1 S_{in}, 0) \\ 0 & \mu_1(\beta_1 S_{in}, 0) - D \end{pmatrix}, \\ B &= \begin{pmatrix} -D & -\alpha_5 \mu_2(\beta_2 S_{in}, 0) \\ 0 & \mu_2(\beta_2 S_{in}, 0) - D \end{pmatrix}, \\ C &= \begin{pmatrix} -D & -\alpha_9 \mu_3(0, N_{in}) & 0 \\ 0 & -D + \mu_3(0, N_{in}) & 0 \\ 0 & -\alpha_{10} \mu_3(0, N_{in}) & -D \end{pmatrix}. \end{aligned}$$

Les valeurs propres de A et B sont négatives (*i.e.* $tr(A) < 0, tr(B) < 0$) et ($det(A) > 0, det(B) > 0$) si et seulement si $\mu_1(\beta_1 S_{in}, 0) < D, \mu_2(\beta_2 S_{in}, 0) < D$, respectivement.

Puisque la matrice C est triangulaire par bloc, ses valeurs propres sont $-D$ et les valeurs propres de la matrice de second ordre dans le coin supérieur gauche. Comme cette matrice de second ordre est une matrice triangulaire supérieure, ses valeurs propres sont sur la diagonale, *i.e.* $-D$ et $-D + \mu_3(0, N_{in})$. Ainsi, C est stable si et seulement si $\mu_3(0, N_{in}) < D$. La stabilité de la matrice C peut également être étudiée en utilisant le critère de Routh-Hurwitz où le polynôme caractéristique est défini par :

$$P_{E_1} = \Lambda^3 + (-\mu_3(0, N_{in}) + 3D)\Lambda^2 + (3D^2 - 2D\mu_3(0, N_{in}))\Lambda - D^2\mu_3(0, N_{in}) + D^3$$

Ainsi, le tableau de Routh est :

$$\begin{array}{rcll}
\Lambda^3 & 1 & 3D^2 - 2D\mu_3(0, N_{in}) & 0 \\
\Lambda^2 & -\mu_3(0, N_{in}) + 3D & -D^2\mu_3(0, N_{in}) + D^3 & 0 \\
\Lambda^1 & cst1 & 0 & 0 \\
\Lambda^0 & cst2 & 0 & 0
\end{array}$$

avec :

$$\begin{aligned}
cst1 &= \frac{1}{-\mu_3(0, N_{in}) + 3D} [(-\mu_3(0, N_{in}) + 3D)(3D^2 - 2D\mu_3(0, N_{in})) - (-\mu_3(0, N_{in}) \\
&\quad D^2 + D^3)] \\
cst2 &= \frac{1}{cst1} [cst1(-D^2\mu_3(0, N_{in}) + D^3)]
\end{aligned}$$

Le critère de Routh-Hurwitz exige que tous les termes de la première colonne du tableau aient le même signe. Puisque le premier terme de la première colonne est positif, tous les termes suivants doivent être positifs, *i.e.* $-\mu_3(0, N_{in}) + 3D$, $cst1$ et $cst2$, pour remplir la condition de stabilité. Cela implique que la condition nécessaire pour garantir que les valeurs propres de la matrice C soient négatives est $\mu_3(0, N_{in}) < D$. Par conséquent, si $S_1^* < \beta_1 S_{in}$, $S_2^* < \beta_2 S_{in}$ et $S_3^{*,i} < S_{3in}^*$, l'équilibre E_1 est localement asymptotiquement stable. Cet équilibre est instable si $S_1^* > \beta_1 S_{in}$, $S_2^* > \beta_2 S_{in}$ ou $S_3^{*,i} > S_{3in}^*$.

- L'évaluation de la matrice jacobienne autour de l'équilibre E_4 donne :

$$\begin{aligned}
A &= \begin{pmatrix} -D - \alpha_1 X_1^* \mu'_{1S} & -\alpha_1 X_1^* \mu'_{1X} - \alpha_1 D \\ \mu'_{1S} X_1^* & \mu'_{1X} X_1^* \end{pmatrix}, \\
B &= \begin{pmatrix} -D & -\alpha_5 \mu_2(\beta_2 S_{in}, 0) \\ 0 & \mu_2(\beta_2 S_{in}, 0) - D \end{pmatrix}, \\
C &= \begin{pmatrix} -D & -\alpha_9 \mu_3(S_{3in,1}^*, N_{in,1}^*) & 0 \\ 0 & \mu_3(S_{3in,1}^*, N_{in,1}^*) - D & 0 \\ 0 & -\alpha_{10} \mu_3(S_{3in,1}^*, N_{in,1}^*) & -D \end{pmatrix}.
\end{aligned}$$

Les valeurs propres de la matrice B sont à partie réelle négative si et seulement si $\mu_2(\beta_2 S_{in}, 0) < D$. Nous obtenons pour la matrice A :

$$\begin{aligned}
tr(A) &= -D - \alpha_1 X_1^* \mu'_{1S} + \mu'_{1X} X_1^* \\
det(A) &= D X_1^* (-\mu'_{1X} + \alpha_1 \mu'_{1S})
\end{aligned}$$

Les valeurs propres de la matrice A sont négatives si et seulement si

$$\alpha_1 \mu'_{1S} > \mu'_{1X}$$

Dans ce cas, le polynôme caractéristique de la matrice C est :

$$P_{E_4} = \Lambda^3 + (3D - \mu_3(S_{3in,1}^*, N_{in,1}^*))\Lambda^2 + (3D^2 - 2D\mu_3(S_{3in,1}^*, N_{in,1}^*)\Lambda + D^2(D - \mu_3(S_{3in,1}^*, N_{in,1}^*)))$$

A l'aide du critère de Routh-Hurwitz, on peut déduire que la matrice C est stable si et seulement si $\mu_3(S_{3in,1}^*, N_{in,1}^*) < D$. Cela peut être déduit facilement de la structure de la matrice C dont les valeurs propres sont simplement les valeurs sur la diagonale, *i.e.* $-D$, $\mu_3(S_{3in,1}^*, N_{in,1}^*) - D$ et $-D$. La matrice est stable si et seulement si $\mu_3(S_{3in,1}^*, N_{in,1}^*) < D$.

- On obtient du calcul de la matrice jacobienne autour des équilibres E_5^i ($i = 1, 2$), les sous-matrices suivantes :

$$A = \begin{pmatrix} -D - \alpha_1 X_1^* \mu'_{1S} & -\alpha_1 X_1^* \mu'_{1X} - \alpha_1 D \\ \mu'_{1S} X_1^* & \mu'_{1X} X_1^* \end{pmatrix},$$

$$B = \begin{pmatrix} -D & -\alpha_5 \mu_2(\beta_2 S_{in}, 0) \\ 0 & \mu_2(\beta_2 S_{in}, 0) - D \end{pmatrix},$$

$$C = \begin{pmatrix} C11_{E_5^i} & C12_{E_5^i} & C13_{E_5^i} \\ C21_{E_5^i} & C22_{E_5^i} & C23_{E_5^i} \\ C31_{E_5^i} & C32_{E_5^i} & C33_{E_5^i} \end{pmatrix}.$$

avec :

$$\begin{aligned} C11_{E_5^i} &= -D - (S_{3in,1}^* - S_3^*) \mu'_{3S} \\ C12_{E_5^i} &= -\alpha_9 D \\ C13_{E_5^i} &= -(S_{3in,1}^* - S_3^*) \mu'_{3N} \\ C21_{E_5^i} &= \frac{(S_{3in,1}^* - S_3^*)}{\alpha_9} \mu'_{3S} \\ C22_{E_5^i} &= 0 \\ C23_{E_5^i} &= \frac{(S_{3in,1}^* - S_3^*)}{\alpha_9} \mu'_{3N} \\ C31_{E_5^i} &= -\alpha_{10} \frac{(S_{3in,1}^* - S_3^*)}{\alpha_9} \mu'_{3S} \\ C32_{E_5^i} &= -\alpha_{10} D \\ C33_{E_5^i} &= -D - \alpha_{10} \frac{(S_{3in,1}^* - S_3^*)}{\alpha_9} \mu'_{3N} \end{aligned}$$

Les valeurs propres de la matrice B ont une partie réelle négative si et seulement si $\mu_2(\beta_2 S_{in}, 0) < D$. Nous obtenons pour la matrice A :

$$tr(A) = -D - \alpha_1 X_1^* \mu'_{1S} + \mu'_{1X} X_1^*$$

$$det(A) = DX_1^* (-\mu'_{1X} + \alpha_1 \mu'_{1S})$$

Les valeurs propres de A sont négatives si et seulement si

$$\alpha_1 \mu'_{1S} > \mu'_{1X}$$

Cependant, la stabilité de la matrice C peut être vérifiée en utilisant le critère de Routh-Hurwitz, où le polynôme caractéristique est :

$$\begin{aligned} P_{E_5^i} = & \Lambda^3 + \frac{1}{\alpha_9} (2\alpha_9 D + \alpha_{10} \mu'_{3N} S_{3in}^* - \alpha_{10} \mu'_{3N} S_3^* - \alpha_9 \mu'_{3S} S_3^* + \alpha_9 \mu'_{3S} S_{3in}^*) \Lambda^2 + \frac{1}{\alpha_9} (2 \\ & DS_{3in}^* \alpha_{10} \mu'_{3N} - 2S_3^* \alpha_{10} D \mu'_{3N} + 2\mu'_{3S} D S_{3in}^* \alpha_9 - 2\mu'_{3S} S_3^* \alpha_9 D + \alpha_9 D^2) \Lambda + \frac{1}{\alpha_9} \\ & (\mu'_{3S} D^2 S_{3in}^* \alpha_9 - \mu'_{3N} \alpha_{10} D^2 S_3^* - \mu'_{3S} D^2 S_3^* \alpha_9 + \mu'_{3N} \alpha_{10} D^2 S_{3in}^*) \end{aligned}$$

La stabilité est garantie lorsque tous les coefficients de la première colonne de Routh conservent le même signe. Dans ce cas, les conditions de stabilité ne peuvent être facilement déduites.

- Le calcul de la matrice jacobienne à l'équilibre E_6 donne :

$$\begin{aligned} A &= \begin{pmatrix} -D - \alpha_1 X_1^* \mu'_{1S} & -\alpha_1 X_1^* \mu'_{1X} - \alpha_1 D \\ \mu'_{1S} X_1^* & \mu'_{1X} X_1^* \end{pmatrix}, \\ B &= \begin{pmatrix} -D - \alpha_5 X_2^* \mu'_{2S} & -\alpha_5 X_2^* \mu'_{2X} - \alpha_5 D \\ \mu'_{2S} X_2^* & \mu'_{2X} X_2^* \end{pmatrix}, \\ C &= \begin{pmatrix} -D & -\alpha_9 \mu_3(S_{3in,total}^*, N^*) & 0 \\ 0 & \mu_3(S_{3in,total}^*, N^*) - D & 0 \\ 0 & -\alpha_{10} \mu_3(S_{3in,total}^*, N^*) & -D \end{pmatrix}. \end{aligned}$$

On obtient pour la matrice A

$$tr(A) = -D - \alpha_1 X_1^* \mu'_{1S} + \mu'_{1X} X_1^*$$

$$det(A) = D X_1^* (-\mu'_{1X} + \alpha_1 \mu'_{1S})$$

Les valeurs propres de la matrice A sont négatives si et seulement si :

$$\alpha_1 \mu'_{1S} > \mu'_{1X}$$

On a pour la matrice B :

$$tr(B) = -D - \alpha_5 X_2^* \mu'_{2S} + \mu'_{2X} X_2^*$$

$$det(B) = X_2^* D (-\mu'_{2X} + \alpha_5 \mu'_{2S})$$

Les valeurs propres de la matrice B sont négatives si et seulement si :

$$\alpha_5 \mu'_{2S} > \mu'_{2X}$$

Le polynôme caractéristique de la matrice C est :

$$P_{E_6} = \Lambda^3 + (3D - \mu_3(S_{3in,total}^*, N^*))\Lambda^2 + (3D^2 - 2D\mu_3(S_{3in,total}^*, N^*))\Lambda + D^2(D - \mu_3(S_{3in,total}^*, N^*))$$

En utilisant le critère de Routh-Hurwitz, on peut en déduire que la matrice C est stable si et seulement si $D > \mu_3(S_{3in,total}^*, N^*)$. Cette condition garantit que tous les coefficients de la première colonne Routh conservent le même signe. Cela peut également être déduit de la forme bloc triangulaire de la matrice C .

- Le calcul de la matrice jacobienne autour des équilibres E_7^i ($i = 1, 2$) donne :

$$A = \begin{pmatrix} -D - \alpha_1 X_1^* \mu'_{1S} & -\alpha_1 X_1^* \mu'_{1X} - \alpha_1 D \\ \mu'_{1S} X_1^* & \mu'_{1X} X_1^* \end{pmatrix},$$

$$B = \begin{pmatrix} -D - \alpha_5 X_2^* \mu'_{2S} & -\alpha_5 X_2^* \mu'_{2X} - \alpha_5 D \\ \mu'_{2S} X_2^* & \mu'_{2X} X_2^* \end{pmatrix},$$

$$C = \begin{pmatrix} C11_{E_7^i} & C12_{E_7^i} & C13_{E_7^i} \\ C21_{E_7^i} & C22_{E_7^i} & C23_{E_7^i} \\ C31_{E_7^i} & C32_{E_7^i} & C33_{E_7^i} \end{pmatrix}.$$

avec :

$$\begin{aligned} C11_{E_7^i} &= -D - (S_{3in,total}^* - S_3^*) \mu'_{3S} \\ C12_{E_7^i} &= -\alpha_9 D \\ C13_{E_7^i} &= -(S_{3in,total}^* - S_3^*) \mu'_{3N} \\ C21_{E_7^i} &= \frac{\mu'_{3S} (S_{3in,total}^* - S_3^*)}{\alpha_9} \\ C22_{E_7^i} &= 0 \\ C23_{E_7^i} &= \frac{\mu'_{3N} (S_{3in,total}^* - S_3^*)}{\alpha_9} \\ C31_{E_7^i} &= -\frac{\alpha_{10} (S_{3in,total}^* - S_3^*) \mu'_{3S}}{\alpha_9} \\ C32_{E_7^i} &= -\alpha_{10} D \\ C33_{E_7^i} &= -D - \frac{\alpha_{10} (S_{3in,total}^* - S_3^*) \mu'_{3N}}{\alpha_9} \end{aligned}$$

Pour la matrice A , on a :

$$tr(A) = -D - \alpha_1 X_1^* \mu'_{1S} + \mu'_{1X} X_1^*$$

$$det(A) = D X_1^* (-\mu'_{1X} + \alpha_1 \mu'_{1S})$$

Les valeurs propres de la matrice A sont négatives si et seulement si :

$$\alpha_1 \mu'_{1S} > \mu'_{1X}$$

Pour la matrice B, on obtient :

$$\text{tr}(B) = -D - \alpha_5 X_2^* \mu'_{2S} + \mu'_{2X} X_2^*$$

$$\det(B) = X_2^* D (-\mu_{2X} + \alpha_5 \mu_{2S})$$

Les valeurs propres de la matrice A sont négatives si et seulement si :

$$\alpha_5 \mu'_{2S} > \mu'_{2X}$$

Comme dans le cas de l'équilibre E_5^i , les conditions de stabilité de la matrice C obtenues à l'équilibre E_7^i ne peuvent être facilement déduites par le critère de Routh-Hurwitz à cause de la forme compliquée du polynôme caractéristique présentée ci-dessous :

$$\begin{aligned} P_{E_7^i} = & \Lambda^3 + \frac{1}{\alpha_9} (\mu'_{3S} S_{3in}^* \alpha_9 - \mu'_{3S} S_3^* \alpha_9 - \alpha_{10} S_3^* \mu'_{3N} + 2\alpha_9 D + \alpha_{10} \mu'_{3N} S_{3in}^*) \Lambda^2 + \frac{1}{\alpha_9} (2D \\ & \mu'_{3S} S_{3in}^* \alpha_9 + 2S_{3in}^* \alpha_{10} D \mu'_{3N} - 2S_3^* \alpha_{10} D \mu'_{3N} + \alpha_9 D^2 - 2S_3^* \alpha_9 \mu'_{3S} D) \Lambda + \frac{1}{\alpha_9} (D^2 \mu'_{3N} \\ & \alpha_{10} S_{3in}^* - S_3^* \alpha_{10} D^2 \mu'_{3N} + S_{3in}^* \alpha_9 D^2 \mu'_{3S} - \mu'_{3S} D^2 \alpha_9 S_3^*) \end{aligned}$$

Notez que la matrice jacobienne n'a pas été évaluée autour des équilibres E_2 et E_3^i parce qu'ils ne sont jamais été stables (voir Tableaux 2.3, 2.4, 2.5).

Application

La stabilité de la jacobienne est étudiée pour certaines valeurs de D et S_{in} , en utilisant les calculs analytiques précédents, comme illustré dans le tableau A1.

TABLEAU A1 – Etude analytique de la stabilité des équilibres du modèle MAD

Equilibres	Région	D, S_{in}	Trace des matrices	Determinants des matrices	critère de Routh-Hurwitz/conditions d'existence	nature de l'équilibre
E_1	\mathcal{J}_0	$D = 0.35$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_1 stable
		$S_{in} = 6$	$tr(B) < 0$	$det(B) > 0$		
	\mathcal{J}_1	$D = 0.20$	$tr(A) < 0$	$det(A) < 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_1 instable
		$S_{in} = 6$	$tr(B) < 0$	$det(B) > 0$		
	\mathcal{J}_2	$D = 0.1$	$tr(A) > 0$	$det(A) < 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_1 instable
		$S_{in} = 25$	$tr(B) < 0$	$det(B) > 0$		
\mathcal{J}_3	$D = 0.07$	$tr(A) > 0$	$det(A) < 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_1 instable	
	$S_{in} = 6$	$tr(B) < 0$	$det(B) > 0$			
\mathcal{J}_4	$D = 0.03$	$tr(A) > 0$	$det(A) < 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_1 instable	
	$S_{in} = 6$	$tr(B) < 0$	$det(B) < 0$			
\mathcal{J}_5	$D = 0.04$	$tr(A) > 0$	$det(A) < 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_1 instable	
	$S_{in} = 0.01$	$tr(B) < 0$	$det(B) < 0$			
\mathcal{J}_6	$D = 0.04$	$tr(A) > 0$	$det(A) < 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_1 instable	
	$S_{in} = 29$	$tr(B) < 0$	$det(B) < 0$			
E_4	\mathcal{J}_1	$D = 0.15$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_4 stable
		$S_{in} = 6$	$tr(B) < 0$	$det(B) > 0$		
	\mathcal{J}_2	$D = 0.1$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0 ,	E_4 stable
		$S_{in} = 25$	$tr(B) < 0$	$det(B) > 0$		
	\mathcal{J}_3	$D = 0.07$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Pas tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_4 instable
		$S_{in} = 6$	$tr(B) < 0$	$det(B) > 0$		
\mathcal{J}_4	$D = 0.03$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Pas tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_4 instable	
	$S_{in} = 6$	$tr(B) < 0$	$det(B) < 0$			
\mathcal{J}_5	$D = 0.04$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_4 instable	
	$S_{in} = 0.01$	$tr(B) < 0$	$det(B) < 0$			
\mathcal{J}_6	$D = 0.04$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Pas tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_4 instable	
	$S_{in} = 29$	$tr(B) > 0$	$det(B) < 0$			
E_5^1	\mathcal{J}_2	$D = 0.1$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_5^1 stable
		$S_{in} = 25$	$tr(B) < 0$	$det(B) > 0$		
	\mathcal{J}_3	$D = 0.07$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_5^1 stable
		$S_{in} = 6$	$tr(B) < 0$	$det(B) > 0$		
\mathcal{J}_4	$D = 0.03$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_5^1 instable	
	$S_{in} = 6$	$tr(B) < 0$	$det(B) < 0$			
\mathcal{J}_6	$D = 0.04$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_5^1 instable	
	$S_{in} = 29$	$tr(B) < 0$	$det(B) < 0$			
E_6	\mathcal{J}_4	$D = 0.03$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Pas tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_6 instable
		$S_{in} = 6$	$tr(B) < 0$	$det(B) > 0$		
	\mathcal{J}_5	$D = 0.04$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_6 stable
E_7^1	\mathcal{J}_4	$D = 0.03$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_7^1 stable
		$S_{in} = 6$	$tr(B) < 0$	$det(B) > 0$		
	\mathcal{J}_6	$D = 0.04$	$tr(A) < 0$	$det(A) > 0$	Tous les coefficients de la première colonne de Routh > 0	E_7^1 stable
		$S_{in} = 29$	$tr(B) < 0$	$det(B) > 0$		

B Algorithme d'obtention du Diagramme opératoire

Le diagramme opératoire est le schéma de bifurcation à deux paramètres qui montre comment le système se comporte lorsque nous modifions deux paramètres de contrôle [153].

En raison de la grande dimension du modèle MAD, le comportement du système en fonction des changements de D , S_{in} et N_{in} ne peut pas être étudié analytiquement. Par conséquent, nous obtenons le diagramme opératoire du modèle MAD en utilisant des simulations numériques réalisées avec MATLAB.

Initialement, le script effectue un calcul des valeurs propres de la matrice jacobienne définie pour le modèle MAD. Ces calculs sont évalués pour chaque équilibre du MAD autour d'une grille de valeurs de D et S_{in} .

Selon le signe des valeurs propres et les conditions d'existence, nous assignons à chacun des 10 équilibres : la stabilité, l'instabilité ou la non-existence. Cette procédure donne un ensemble de combinaisons correspondant à des paires de valeurs (D, S_{in}) .

Entrées du modèle

```

for  $D$  varie de 1 à  $max(D)$  do
  for  $S_{in}$  varie de 1 à  $max(S_{in})$  do
    calculer la valeur des 10 équilibres du modèle  $E = E_1, \dots, E_7^2$ 
    for (E) varie de 1 à  $n$  do
      calculer la matrice jacobienne autour de  $E_k$  ( $J_{E_k}$ )
      calculer les valeurs propres de ( $J_{E_k}$ )
      if all (les conditions d'existence de  $E_k$  sont remplies & tous les valeurs propres de ( $J_{E_k}$ )
      sont négatives) then
         $E_k$  est stable
      else if all (les conditions d'existence de  $E_k$  sont remplies & au moins une valeur propre
      de ( $J_{E_k}$ ) est positive) then
         $E_k$  est instable
      else
         $E_k$  n'existe pas
      end if
    end for
  end for
end for

```

où n est le nombre des équilibres du modèle

Bibliographie

- [1] *Proceedings of American Control Conference*, 1988.
- [2] *Proceedings of American Control Conference*, 1990.
- [3] *Proceedings of 10th International IFAC Symposium on Computer Applications in Biotechnology*, 2007.
- [4] *Proceedings of Mediterranean Conference on Control Automation*, 2007.
- [5] *Proceedings of IEEE International Conference on Automation, Quality and Testing, Robotics*, 2008.
- [6] *Proceedings of Got Manure ? Enhancing Environmental and Economic Sustainability*, 2011.
- [7] *Proceedings of World Renewable Energy Congress*, number 009 in Linköping Electronic Conference Proceedings. Linköping University Electronic Press, Linköpings universitet, 2011.
- [8] *Proceedings of 13th European Control Conference, Zurich, Switzerland. pp.6*, 2013.
- [9] *AD14 World Congress on Anaerobic Digestion, Viña del Mar, Chile*, 2015.
- [10] Le recyclage des eaux usées devient impératif pour répondre à la demande. *Sciences-Technology*, 2017.
- [11] *Proceeding of Instrumentation Control Automation, Quebec, Canada*, 2017.
- [12] *Proceeding of the International Conference on Control, Automation and Diagnosis, Hammamet, Tunisia*, 2017.
- [13] T. Abbasi. *Chapter 2 : A Brief History of Anaerobic Digestion and “Biogas”*. 2012.
- [14] A.M. Aboulfotoh and A.M. Ali. Comparison between the steady state anaerobic digestion model and ADM1 for anaerobic digestion of sewage sludge. *International Journal of Current Engineering and Technology*, 4(2), 2014.
- [15] B.K. Ahring, M. Sandberg, and I. Angelidaki. Volatile fatty acids as indicators of process imbalance in anaerobic digestors. *Applied Microbiology Biotechnology*, 1995.
- [16] A. Ajeej, J.V. Thanikal, C.M. Narayanan, and R. Senthil Kumar. An overview of bio augmentation of methane by anaerobic co-digestion of municipal sludge along with microalgae and waste paper. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 50 :270–276, 2015.

- [17] A. Akbi. La bioénergie en algérie : Un gisement important, et des bénéfices environnementaux. *Centre de Développement des Energies Renouvelables*, 2015.
- [18] M.M. Alves, M.A. Pereira, D.Z. Sousa, A.J. Cavaleiro, M. Picavet, H. Smidt, and A.J. Stams. Waste lipids to energy : how to optimize methane production from Long-Chain Fatty Acids (LCFA). *Microbial Biotechnology*, 2009.
- [19] J.F. Andrews. Dynamic model of the anaerobic digestion process. *Sanitary Engineering Division American Society of Civil Engineers*, 95(1) :95–116, 1969.
- [20] J.F. Andrews and S.P. Graef. Dynamic modeling and simulation of the anaerobic digestion process. *Advances in Chemistry Series*, 1971.
- [21] F. Angulo, R. Muñoz-Tamayo, and G. Olivar. Control of a bioreactor using feedback linearization. In *2007 Mediterranean Conference on Control Automation* [4], pages 1–6.
- [22] R. Antonelli, J. Harmand, J.P. Steyer, and A. Astolfi. Set-point regulation of an anaerobic digestion process with bounded output feedback. *IEEE Transactions on Control Systems Technology*, 11(4) :495–504, 2003.
- [23] A.C. Antoulas, D.C. Sorensen, and S. Gugercin. A survey of model reduction methods for large-scale systems. *Contemporary Mathematics*, 280 :193–219, 2001.
- [24] L. Appels, J. Baeyens, J. Degève, and R. Dewil. Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge. *Progress in Energy and Combustion Science*, 34(6) :755–781, 2008.
- [25] Y. Babouche. Eau douce : l’Algérie parmi les pays les plus pauvres. *TSA*, 2018.
- [26] L. De Baere and B. Mattheeuws. Anaerobic digestion of the organic fraction of municipal solid waste in europe - Status, Experience and Prospects -. (8) :517–526, 2015.
- [27] G. Bastin and D. Dochain. Non linear adaptive control algorithms for fermentation processes. In *1988 American Control Conference* [1], pages 1124–1128.
- [28] G. Bastin and D. Dochain. *On-line estimation and adaptive control of bioreactors*. Elsevier Science, 1990.
- [29] D.J. Batstone, J. Keller, R.B. Newell, and M. Newland. Modelling anaerobic degradation of complex wastewater. I : model development. *Bioresource Technology*, 75(1) :67–74, 2000.
- [30] T. Bayen, F. Mairet, P. Martinon, and M. Sebbah. Optimizing the anaerobic digestion of microalgae in a coupled process. In *13th European Control Conference* [8], pages 1218–1223.
- [31] E.W. Becker. Micro-algae as a source of protein. *Biotechnology Advances*, 25(2) :207–210, 2007.
- [32] B. Benyahia. *Modélisation et observation des bioprocédés à membranes : application à la digestion anaérobie*. PhD thesis, université de Montpellier2 - université de Tlemcen, 2012.

- [33] B. Benyahia, T. Sari, B. Cherki, and J. Harmand. Bifurcation and stability analysis of a two step model for monitoring anaerobic digestion processes. *Journal of Process Control*, 22(6) :1008–1019, 2012.
- [34] B. Benyahia, T. Sari, B. Cherki, and J. Harmand. Anaerobic Membrane BioReactor modeling in the presence of Soluble Microbial Products (SMP) - the Anaerobic Model AM2b. *Chemical Engineering Journal*, 228 :1011–1022, 2013.
- [35] S. Berkouk. Produire du biogaz à partir des déchets est “une alternative rentable”. *El Watan*, 2018.
- [36] O. Bernard, Z. Hadj-Sadock, D. Dochain, A. Genovesi, and J.P. Steyer. Dynamical model development and parameter identification for an anaerobic wastewater treatment process. *Biotechnologie and Bioengineering*, 75(4) :424–438, 2001.
- [37] D. Bolzonella, P. Pavan, P. Battistoni, and F. Cecchi. Mesophilic anaerobic digestion of waste activated sludge : influence of the solid retention time in the wastewater treatment process. *Process Biochemistry*, 40(3-4) :1453–1460, 2005.
- [38] A. Bornhöft, R. Hanke-Rauschenbach, and K. Sundmacher. Steady-state analysis of the Anaerobic Digestion Model no. 1 (ADM1). *Nonlinear Dynamics*, 73(1-2) :535–549, 2013.
- [39] J.D. Bryers. Structured modeling of the anaerobic digestion of biomass particulates. *Biotechnology and Bioengineering*, 27(5) :638–649, 1985.
- [40] I.M. Buendía, F.J. Fernández, J. Villaseñor, and L. Rodríguez. Feasibility of anaerobic co-digestion as a treatment option of meat industry wastes. *Bioresource Technology*, 100(6) :1903–1909, 2009.
- [41] G. Bujoczek, J. Oleszkiewicz, R. Sparling, and S. Cenkowski. High solid anaerobic digestion of chicken manure. *Journal of Agricultural Engineering Research*, 76(1) :51 – 60, 2000.
- [42] A.M. Buswell. Anaerobic fermentations. *Illinois State Water Survey Division*, 1939.
- [43] A.M. Buswell and S.L Neave. Laboratory studies of sludge digestion. *Bulletin (Illinois State Water Survey) no. 30*, 1930.
- [44] M.P. Caporgno, R. Trobajo, N. Caiola, C. Ibáñez, A. Fabregat, and C. Bengoa. Biogas production from sewage sludge and microalgae co-digestion under mesophilic and thermophilic conditions. *Bioresource Technology*, 75 :374–380, 2015.
- [45] S. Carlos-Hernandez, J.F. Beteau, and E.N. Sanchez. Intelligent control strategy for an anaerobic fluidized bed reactor. In *10th International IFAC Symposium on Computer Applications in Biotechnology* [3], pages 73–78.
- [46] B. Chachuat, N. Roche, and M.A. Latifi. Réduction du modèle ASM1 pour la commande optimale des petites stations d’épuration à boues activées. *Revue des sciences de l’eau*, 16(1) :5–26, 2003.

- [47] Y. Chen, J.J. Cheng, and K.S. Creamer. Inhibition of anaerobic digestion process : A review. *Bioresource Technology*, 99(10) :4044–4064, 2007.
- [48] D.G. Cirne, X. Paloumet, L. Björnsson, M.M. Alves, and B. Mattiasson. Anaerobic digestion of lipid-rich waste-effects of lipid concentration. *Renewable Energy*, 32(6) :965–975, 2007.
- [49] IWA Task Group For Modelling of Anaerobic Wastewater Processes D. Batstone. Anaerobic digestion model No.1 (ADM1). IWA, 2002.
- [50] Y. Daoud. *Analyse de modèles de la digestion anaérobie : Application à la modélisation et au contrôle des bioréacteurs*. PhD thesis, université de Montpellier - université de Tunis el Manar, 2017.
- [51] Y. Daoud, N. Abdellatif, T. Sari, and J. Harmand. Steady state analysis of a syntrophic model : the effect of a new input substrate concentration. *Mathematical Modelling of Natural Phenomena*, pages 1–18, 2018.
- [52] M. Dębowski, M. Zieliński, A. Grala, and M. Dudek. Algae biomass as an alternative substrate in biogas production technologies-review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 27 :596–604, 2013.
- [53] B. Demirel, O. Yenigun, and T.T. Onay. Anaerobic treatment of dairy wastewaters : a review. *Process Biochemistry*, 40(8) :2583–2595, 2005.
- [54] Department of energy & climate Change - Department for Environment Food and Rural Affairs. Anaerobic Digestion Strategy and Action Plan - A commitment to increasing energy from waste through Anaerobic Digestion. https://assets.publishing.service.gov.uk/government/uploads/system/uploads/attachment_data/file/69400/anaerobic-digestion-strat-action-plan.pdf. 2011.
- [55] F. Derradji, H. Bousnoubra, N. Kherici, M. Romeo, and R. Caruba. Impact de la pollution organique sur la qualité des eaux superficielles dans le nord-est algérien. *Sécheresse*, pages 23–27, 2007.
- [56] D. Dochain, M. Perrier, and A. Pauss. Adaptive control of hydrogen concentration in anaerobic digestion. *Industrial and Engineering Chemical Research*, 30 :129–136, 1991.
- [57] K. Chaib Draa, H. Voos, M. Alma, and M. Darouach. Invariant observer applied to anaerobic digestion model. In *2016 IEEE 21st International Conference on Emerging Technologies and Factory Automation (ETFA)*, pages 1–4, 2016.
- [58] A. E. Recycler les eaux usées : un impératif face à des besoins croissants. *ALGERIE ECO*, 2017.
- [59] A.E.W. Ek, S. Hallin, L. Vallin, A. Schnurer, and M. Karlsson. Slaughterhouse waste co-digestion - experiences from 15 years of full-scale operation. In *World Renewable Energy Congress - Sweden 8-13 May, 2011 : Volume 1 (Bioenergy Technology)* [7].

- [60] F. Fantozzi and C. Buratti. Biogas production from different substrates in an experimental Continuously Stirred Tank Reactor anaerobic digester. *Bioresource Technology*, 100(23) :5783–5789, 2009.
- [61] V. Fedorovich, P. Lens, and S. Kalyuzhnyi. Extension of Anaerobic Digestion Model no. 1 with processes of sulfate reduction. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 109(1) :33–45, 2003.
- [62] R. Fekih-Salem, C. Lobry, and T. Sari. A density-dependent model of competition for one resource in the chemostat. *Mathematical biosciences*, 286 :104–122, 2017.
- [63] R. Fekih-Salem, A. Rapaport, and T. Sari. Emergence of coexistence and limit cycles in the chemostat model with flocculation for a general class of functional responses. *Applied Mathematical Modelling*, 40 :7656–7677, 2016.
- [64] Y. Feng, J. Behrendt, C. Wendland, and R. Otterpohl. Parameter analysis of the IWA Anaerobic Digestion Model No. 1 for the anaerobic digestion of blackwater with kitchen refuse). *Water Science Technology*, 54 :139–147, 2006.
- [65] T.V. Fernandes, K.J. Keesman, G. Zeeman, and J.B. Van Lier. Effect of ammonia on the anaerobic hydrolysis of cellulose and tributyrin. *Biomass and Bioenergy*, 47 :316–323, 2012.
- [66] M.J. Fernández-Rodríguez, B. Rincón, F.G. Feroso, A. M. Jiménez, and R. Borja. Assessment of two-phase olive mill solid waste and microalgae co-digestion to improve methane production and process kinetics. *Bioresource Technology*, 157 :263–269, 2014.
- [67] D. Gaida, C. Wolf, and M. Bongards. Feed control of anaerobic digestion processes for renewable energy production : A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 68 :869–875, 2017.
- [68] C. Gallert, S. Bauer, and J. Winter. Effect of ammonia on the anaerobic degradation of protein by a mesophilic and thermophilic biowaste population. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 50(4) :495–501, 1998.
- [69] Global Methane Initiative. Successful applications of anaerobic digestion from across the world. Technical report, 2013.
- [70] C.G. Golueke, W.J. Oswald, and H.B. Gotaas. Anaerobic digestion of algae. *Applied Microbiology*, 1957.
- [71] C. González-Fernández, B. Sialve, N. Bernet, and J.P. Steyer. Impact of microalgae characteristics on their conversion to biofuel. part II : Focus on biomethane. *Biofuels Bioproducts Biorefining*, 6(2) :205–218, 2012.
- [72] M.I. Gordon. *Nutrient recovery from anaerobic co-digestion of lipid-extracted Chlorella vulgaris and waste activated sludge*. PhD thesis, Oregon State University Bioresource Research, 2015.

- [73] C.M.S. Gorgônio, D.A.G. Aranda, and S. Couri. Morphological and chemical aspects of *Chlorella pyrenoidosa*, *Dunaliella tertiolecta*, *Isochrysis galbana* and *Tetraselmis gracilis* microalgae. *Natural Science*, pages 783–791, 2013.
- [74] J. Górka. *Algae biomass as a co-substrate in methane digestion of sewage sludge*. PhD thesis, Institute of Water Supply and Environmental Protection, Faculty of Environmental Engineering, Cracow University of Technology, 2015.
- [75] S.P. Graef and J.F. Andrews. Mathematical modelling and control of anaerobic digestion. *AIChE Symposium series*, 136(70) :101–131, 1973.
- [76] J.U. Grobbelaar. *Algal Nutrition-Mineral Nutrition*, pages 95–115. Blackwell Publishing Ltd, 2007.
- [77] G. Gutzeit, D. Lorch, A. Weber, M. Engels, and U. Neis. Biofloculent algal-bacterial biomass improves low-cost wastewater treatment. *Water Science Technology*, 52(12) :9–18, 2005.
- [78] M. El Hajji. *Modélisation et analyse mathématique pour les écosystèmes microbiens - approche par les systèmes dynamiques-*. PhD thesis, université de Montpellier 2, 2010.
- [79] M. El Hajji, F. Mazenc, and J. Harmand. A mathematical study of a syntrophic relationship of a model of anaerobic digestion process. *Mathematical Bioscience and Engineering*, 7, 2010.
- [80] M. El Hajji and A. Rapaport. Practical coexistence of two species in the chemostat - a slow-fast characterization. *Mathematical Biosciences*, 218 :33–39, 2009.
- [81] J.B.S. Haldane. *Enzymes*. Longmans, 1930.
- [82] K.H. Hansen, I. Angelidaki, and B.K. Ahring. Anaerobic digestion of swine manure : inhibition by ammonia. *Water Research*, 32(1) :05–12, 1998.
- [83] J. Harmon, P. Pullammanappallil, S.A. Syronos, G. Lyberatos, and D.P. Chynoweth. Online identification of a variable sampling period discrete model and its use for the adaptive control of anaerobic digestion. In *1990 American Control Conference [2]*, pages 1540–1545.
- [84] S. Hassam, E. Ficara, A. Leva, and J. Harmand. A generic and systematic procedure to derive a simplified model from the Anaerobic Digestion Model no. 1 (ADM1). *Biochemical Engineering*, 99 :193–203, 2015.
- [85] E. Heinzle, I.J. Dunn, and G.B. Rhyner. *Modeling and control for anaerobic wastewater treatment*, pages 79–114. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1993.
- [86] A. Hejnfelt and I. Angelidaki. Anaerobic digestion of slaughterhouse by-products. *Biomass and Bioenergy*, 33(8) :1046–1054, 2009.
- [87] C. Herrmann, N. Kalita, D. Wall, Ao. Xia, and J.D. Murphy. Optimised biogas production from microalgae through co-digestion with carbon-rich co-substrates. *Bioresource Technology*, 214 :328–337, 2016.

- [88] D.T. Hill. A Comprehensive Dynamic Model for Animal Waste Methanogenesis. *Transactions of the ASAE*, 25(5) :1374–1380, 1982.
- [89] D.T. Hill and C.L. Barth. A dynamic model for simulation of animal waste digestion. *Water Pollution Control Federation*, (10) :2129–2143, 1977.
- [90] P.N. Hobson and B.G. Shaw. Inhibition of methane production by methanobacterium formicum. *Water Research*, 10(10) :849–852, 1976.
- [91] A.M. Alzate Ibañez and C.O. Martínez. Nonlinear model of leachate anaerobic digestion treatment process. *IRI-TR-14-02 Technical report*, 269 :186–193, 2014.
- [92] J. Jimenez, E. Latrille, J. Harmand, A. Robles, J. Ferrer, D. Gaida ..., and J.P Steyer. Instrumentation and control of anaerobic digestion processes : a review and some research challenges. *Review Environmental Science Biotechnology*, 14 :615–648, 2015.
- [93] S.E. Jørgensen. Handbook of ecological models used in ecosystem and environmental management. *CRC Press ISBN 9781439818138*, 2016.
- [94] Z. Khedim, B. Benyahia, F. Mairet, J.P. Steyer, and J. Harmand. Reduction of a complex biotechnological process model using state-variable association method- application to the anaerobic digestion of microalgae. In *IEEE [12]*.
- [95] Z. Khedim, S. Hassam, J. Harmand, and B. Benyahia. Anaerobic digestion models for control purposes : a short survey. In *AD14 World Congress on Anaerobic Digestion [9]*.
- [96] G. Kiely, G. Tayfur, C. Dolan, and K. Tanji. Physical and mathematical modelling of anaerobic digestion of organic wastes. *Water Research*, 31(3) :534 – 540, 1997.
- [97] J. Kim and C.M. Kang. Increased anaerobic production of methane by co-digestion of sludge with microalgal biomass and food waste leachate. *Bioresource Technology*, 189 :409–412, 2015.
- [98] C. Kleinstreuer and T. Poweigha. Dynamic simulator for anaerobic digestion processes. *Biotechnology and Bioengineering*, 24(9) :1941–1951, 1982.
- [99] M. Kouas, M. Torrijos, S. Schmitz, P. Sousbie, S. Sayadi, and J. Harmand. Co-digestion of solid waste : Towards a simple model to predict methane production. *Bioresource Technology*, 2018.
- [100] M. Kouas, M. Torrijos, P. Sousbie, J.P. Steyer, S. Sayadi, and J. Harmand. Robust assessment of both biochemical methane potential and degradation kinetics of solid residues in successive batches. *Waste Management*, 70 :59–70, 2017.
- [101] E. Kovács, R. Wirth, G. Maróti, Z. Bagi, K. Nagy, J. Minárovits, G. Rákhely, and K.L. Kovács. Augmented biogas production from protein-rich substrates and associated metagenomic changes. *Bioresource Technology*, 178 :254–261, 2015.

- [102] E. Kovács, R. Wirth, G. Maróti, Z. Bagi, G. Rákhely, and K. Kovács. Biogas production from protein-rich biomass : Fed-batch anaerobic fermentation of casein and of pig blood and associated changes in microbial community composition. *PLOS One*, 2013.
- [103] E.J. Kroecker, D.D. Schulte, A.B. Sparling, and H.M. Lapp. Anaerobic treatment process stability. *Water Pollution Control Federation*, 51(4) :718–727, 1979.
- [104] I. Núñez Pintado, W. Inapaqué, J.P. Steyer, and J. Harmand. Adaptive feedback linearizing control of the anaerobic digestion process. In *Instrumentation Control Automation* [11].
- [105] E. Lee, J. Cumberbatch, M. Wang, and Q. Zhang. Kinetic parameter estimation model for anaerobic co-digestion of waste activated sludge and microalgae. *Bioresource Technology*, 228 :9–17, 2017.
- [106] J. Lee, T. Koo, G. Han, S. G. Shin, and S. Hwang. Anaerobic digestion of cattle offal : protein and lipid-rich substrate degradation and population dynamics of acidogens and methanogens. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, 38 :2349–2360, 2015.
- [107] J. Lee, K. Lee, H.M. Jang, J. Shin, K.Y. Park, J. Cho, and Y.M. Kim. Biomethanation and anaerobic co-digestion via microbial communities of microalgal hydrodictyon reticulatum biomass residues with sewage sludge. *Desalination and Water Treatment*, 77 :185–193, 2017.
- [108] T. Liu and S. Sung. Ammonia inhibition on thermophilic acetoclastic methanogens. *Water Science and Technology*, 45(10) :113–120, 2002.
- [109] E. Liwarska-Bizukojc, D. Olejnik, R. Biernacki, and S. Ledakowicz. Calibration of a complex activated sludge model for the full-scale wastewater treatment plant. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, 34(6) :659–670, 2011.
- [110] L.Y. Lokshina, V.A. Vavilin, E. Salminen, and J. Rintala. Modeling of anaerobic degradation of solid slaughterhouse waste : inhibition effects of long-chain fatty acids or ammonia. *Applied Biochemistry Biotechnology*, 109(1-3) :15–32, 2003.
- [111] I. López, M. Passeggi, and L. Borzacconi. Co-digestion of ruminal content and blood from slaughterhouse industries : influence of solid concentration and ammonium generation. *Science Technology*, 54(2) :231–236, 2006.
- [112] D. Lu and X.J. Zhang. Biogas production from anaerobic codigestion of microalgae and septic sludge. *Environmental Engineering*, 142(10), 2016.
- [113] S. Luste and S. Luostarinen. Anaerobic co-digestion of meat-processing by-products and sewage sludge - Effect of hygienization and organic loading rate. *Bioresource Technology*, 101 :2657–64, 2010.
- [114] J.A. Magdalena, M. Ballesteros, and C. González-Fernandez. Efficient anaerobic digestion of microalgae biomass : Proteins as a key macromolecule. *Molecules*, 2018.
- [115] A. Mahdy. Biogas from microalgae. *Intitute IMDEA energy*, 2014.

- [116] L. Mailleret, O. Bernard, and J.P. Steyer. Non linear adaptive control for bioreactors with unknown kinetics. *Automatica*, 40(8) :1379–1385, 2004.
- [117] F. Mairet, O. Bernard, E. Cameron, M. Ras, L. Lardon, J.P. Steyer, and B. Chachuat. Three-reaction model for the anaerobic digestion of microalgae. *Biotechnology and Bioengineering*, 109(2) :415–425, 2012.
- [118] F. Mairet, O. Bernard, M. Ras, L. Lardon, and J.P. Steyer. Modeling anaerobic digestion of microalgae using ADM1. *Bioresource Technology*, 2011.
- [119] S. Marsili-Libelli and S. Beni. Shock load modelling in the anaerobic digestion process. *Ecological Modelling*, 84(1) :215 – 232, 1996.
- [120] J. Mata-Alvarez, J. Dosta, M.S. Romero-Güiza, X. Fonoll, M. Peces, and S. Astals. A critical review on anaerobic co-digestion achievements between 2010 and 2013. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 36 :412–427, 2014.
- [121] P.L. McCarty. Anaerobic waste treatment fundamentals III. *Public Works* 95, 1964.
- [122] J. Monod. The technique of continuous culture theory and applications. *Annales Institut Pasteur*, 1950.
- [123] M.E. Montingelli, S. Tedesco, and A.G. Olabi. Biogas production from algal biomass : A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2015.
- [124] B. Moore. Principal component analysis in linear systems : Controllability, observability, and model reduction. *IEEE transactions on automatic control*, 26, 1981.
- [125] F.E. Mosey. Mathematical modelling of the anaerobic digestion process : Regulatory mechanisms for the formation of short-chain volatile acids from glucose. *Water Science and Technology*, 15(8-9) :209–232, 1983.
- [126] A. Mottet. *Recherche d'indicateurs de biodégradabilité anaérobie et modélisation de la digestion anaérobie thermophile : Application aux boues secondaires d'épuration non traitées et prétraitées thermiquement*. PhD thesis, université de Montpellier 2, 2009.
- [127] P. Neumann, A. Torres, F.G. Feroso, R. Borja, and D. Jeison. Anaerobic co-digestion of lipid-spent microalgae with waste activated sludge and glycerol in batch mode. *International Biodeterioration and Biodegradation*, 100 :85–88, 2015.
- [128] D. Nguyen, V. Gadhamshetty, S. Nitayavardhana, and S. Kumar Khanal. Automatic process control in anaerobic digestion technology : A critical review. *Bioresource Technology*, 2015.
- [129] E. Nordlander. *System Studies of Anaerobic co-digestion Processes*. Mälardalen University Doctoral Dissertation, 2017.
- [130] J. Olsson, X. M. Feng, J. Ascue, F. G. Gentili, M.A. Shabiimam, E. Nehrenheim, and E. Thorin. Co-digestion of cultivated microalgae and sewage sludge from municipal waste water treatment. *Bioresource Technology*, 171 :203–210, 2014.

- [131] M. Ortner, K. Leitzinger, S. Skupien, G. Bochmann, and W. Fuchs. Efficient anaerobic mono-digestion of N-rich slaughterhouse waste : Influence of ammonia, temperature and trace elements. *Bioresource Technology*, 174 :222–232, 2014.
- [132] K. Ouamane. Agence Nationale des Déchets : plus de 23 millions tonnes de déchets enregistrés en 2016. *Algérie Presse Service*, 2017.
- [133] J. Palatsi, J. Illa, F.X. Prenafeta-Boldú, M. Laurenzi, B. Fernandez, I. Angelidaki, and X. Flotats. Long-chain fatty acids inhibition and adaptation process in anaerobic thermophilic digestion : Batch tests, microbial community structure and mathematical modelling. *Bioresource Technology*, 101 :2243–2251, 2010.
- [134] G. F. Parkin and W. F. Owen. Fundamentals of anaerobic digestion of wastewater sludges. *Environmental Engineering*, 1986.
- [135] S.G. Pavlostathis. *Kinetic model for anaerobic digestion of waste activated sludge*. PhD thesis, Ithaca, NY (US) ; Cornell Univ., 1985.
- [136] PennState Extension. A Short History of Anaerobic Digestion. <http://www.biogas.psu.edu/pdfs/ShortHistoryAD.pdf>. Online ; accessed 10 June 2010.
- [137] B. Petersen, K. Gernaey, M. Henze, and P.A. Vanrolleghem. Evaluation of an ASM1 model calibration procedure on a municipal- industrial wastewater treatment plant. *Journal of Hydroinformatics*, 4(1) :15–38, 2002.
- [138] E. Petre, D. Selisteanu, and D. Sendrescu. Adaptive control strategies for a class of anaerobic depollution bioprocesses. In *2008 IEEE International Conference on Automation, Quality and Testing, Robotics [5]*, pages 159–164.
- [139] P. Pitk, P. Kaparaju, J. Palatsi, R. Affes, and R. Vilu. Co-digestion of sewage sludge and sterilized solid slaughterhouse waste : methane production efficiency and process limitations. *Bioresource Technology*, 134 :227–232, 2013.
- [140] D. Poggio, M. Walker, W. Nimmo, L. Ma, and M. Pourkashanian. Modelling the anaerobic digestion of solid organic waste-substrate characterisation method for ADM1 using a combined biochemical and kinetic parameter estimation approach. *Waste Management*, 53 :40 – 54, 2016.
- [141] E.O. Powell. Theory of the chemostat. *Lab. Practice*, 14 :1145–1149, 1965.
- [142] P.C. Pullammanappallil, S.A. Svoronos, D.P. Chynoweth, and G. Lyberatos. Expert system for control of anaerobic digesters. *Biotechnology Bioengineering*, 58 :13–22, 1998.
- [143] R. Rajagopal, D.I. Massé, and G. Singh. A critical review on inhibition of anaerobic digestion process by excess ammonia. *Bioresource Technology*, 2013.
- [144] M. Ras, L. Lardon, S. Bruno, N. Bernet, and J.P. Steyer. Experimental study on a coupled process of production and anaerobic digestion of *Chlorella vulgaris*. *Bioresource Technology*, 102(1) :200–206, 2011.

- [145] B. Remini. La problématique de l'eau en algérie du nord. *LARHYSS journal*, 2010.
- [146] PIKE RESEARCH. Methane recovery and utilization in landfills and anaerobic digesters : Municipal solid waste, agricultural, industrial, and wastewater market report on analysis and forecasts. *Renewable biogas*, page 87, 2012.
- [147] A. Rodríguez, G. Quiroz, R. Femat, H.O. Méndez-Acosta, and J. de León. An adaptive observer for operation monitoring of anaerobic digestion wastewater treatment. *Chemical Engineering Journal*, 269 :186–193, 2015.
- [148] B. Rusten and A.K. Sahu. Microalgae growth for nutrient recovery from sludge liquor and production of renewable bioenergy. *Water Science Technology*, 64(6) :1195–1201, 2011.
- [149] J. Von Sachs, U. Meyer, P. Rys, and H. Feitkenhauer. New approach to control the methanogenic reactor of a two phase anaerobic digestion system. *Water Research*, 37 :973–982, 2003.
- [150] R. Fekih salem. *Modèles Mathématiques pour la compétition et la coexistence des espèces microbiennes dans un chémostat*. PhD thesis, université de Montpellier 2- Université de Tunis el Manar, 2013.
- [151] R. Samson and A. Leduy. Influence of mechanical and thermochemical pretreatments on anaerobic digestion of spirulinamaxima algal biomass. *Biotechnology Letters*, 5(10) :671–676, 1983.
- [152] R. Ganesh Saratale, G. Kumar, R. Banu, Ao. Xia, S. Periyasamy, and G. Dattatraya Saratale. A critical review on anaerobic digestion of microalgae and macroalgae and co-digestion of biomass for enhanced methane generation. *Bioresource Technology*, 2017.
- [153] T. Sari and M.J. Wade. Generalised approach to modelling a three-tiered microbial food-web. *Mathematical Biosciences*, 291 :21–37, 2017.
- [154] T. Shimizu, K. Kudo, and Y. Nasu. Anaerobic waste-activated sludge digestion-a bioconversion mechanism and kinetic model. *Biotechnology and Bioengineering*, 41(11) :1082–1091, 1993.
- [155] B. Sialve, N. Bernet, and O. Bernard. Anaerobic digestion of microalgae as a necessary step to make microalgal biodiesel sustainable. *Biotechnology Advances*, 27(4) :409–416, 2009.
- [156] N.L. Söhngen. *Het ontstaan en verdwijnen van waterstof en methaan onder den invloed van het organisch leven*. PhD thesis, Technische Hoogeschool Delft, 1906.
- [157] A. Solimeno, R. Samsó, E. Uggetti, B. Sialve, J.P. Steyer, A. Gabarró, and J. García. New mechanistic model to simulate microalgae growth,. *Algal Research*, 12 :350–358, 2015.
- [158] S.W. Sötemann, N.E. Ristow, M.C. Wentzel, and G.A. Ekama. A steady state model for anaerobic digestion of sewage sludges. *Water SA*, 2005.

- [159] J.P. Steyer, P. Buffière, D. Rolland, and R. Moletta. Advanced control of anaerobic digestion processes through disturbances monitoring. *Water Research*, 33 :2059–2068, 1999.
- [160] V.A. Vavilin, B. Fernandez, J. Palatsi, and X. Flotats. Hydrolysis kinetics in anaerobic degradation of particulate organic material : An overview. *Waste Management*, 28(6) :939–951, 2008.
- [161] A.F.M. Van Velsen. Adaptation of methanogenic sludge to high ammonia-nitrogen concentrations. *Water Research*, 13(10) :995–999, 1979.
- [162] M.J. Wade, J. Oakley, S. Harbisher, N.G. Parker, and J. Dolfing. Mi-sim : A MATLAB package for the numerical analysis of microbial ecological interactions. *PLoS ONE*, 2017.
- [163] M.J. Wade, R.W. Pattinson, N.G. Parker, and J. Dolfing. Emergent behaviour in a chlorophenol-mineralising three-tiered microbial ‘food web’. *Journal of Theoretical Biology*, 389 :171–186, 2015.
- [164] A.O. Wagner, P. Lins, C. Malin, C. Reitschuler, and P. Illmer. Impact of protein-, lipid- and cellulose-containing complex substrates on biogas production and microbial communities in batch experiments. *Science of the Total Environment*, 2013.
- [165] M. Wang, A.K. Sahu, B. Rusten, and C. Park. Anaerobic co-digestion of microalgae *Chlorella* sp. and waste activated sludge. *Bioresource Technology*, 142 :585–590, 2013.
- [166] Z. Wang, F. Xu, and Y. Li. Effect of total ammonia nitrogen concentration on solid-state anaerobic digestion of corn stover. *Bioresource Technology*, 144 :281–287, 2013.
- [167] A.J. Ward, D.M. Lewis, and F.B. Green. Anaerobic digestion of algae biomass : A review. *Algal Research*, 2014.
- [168] M. Weederhmann, G.S.K. Wolkowicz, and J. Sasara. Optimal biogas production in a model for anaerobic digestion. *Nonlinear Dynamics*, 2015.
- [169] O. Yenigun and B. Demirel. Ammonia inhibition in anaerobic digestion : A review. *Process Biochemistry*, 48(5-6) :901–911, 2013.
- [170] X. Yuan, M. Wang, C. Park, A.K. Sahu, and S.J. Ergas. Microalgae growth using high strength waste water followed by anaerobic co-digestion. *Water Environment Research*, 84(5) :396–404, 2012.