

# Dédicaces

*A Mes Très Chers Parents*

*Tous les mots du monde ne sauraient exprimer immense amour que je vous porte, ni la profonde gratitude que je vous témoigne pour tous les efforts et les sacrifices que vous n'avez jamais cessé de consentir pour mon instruction et mon bien-être. C'est à travers vos encouragements que j'ai opté pour cette noble profession, et c'est à travers vos critiques que je me suis réalisée. J'espère avoir répondu aux espoirs que vous avez fondé en moi.*

*A mes Grand Parents*

*Aucune dédicace ne saurait exprimer tout ce que je ressens pour vous. Je vous remercie pour tout le soutien exemplaire et l'amour exceptionnel que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagnera toujours.*

*A Amel*

*Je ne peux exprimer à travers ses lignes tous mes sentiments d'amour et de tendresse envers toi. Puisse l'amour et la fraternité nous unissent à jamais. Merci pour la joie que tu me procures FATIHA et KALTOUM.*

*Merci pour les bons moments qu'on a passé ensemble, vous étiez toujours là pour me soutenir, m'aider, m'écouter et pour votre soutien et de votre serviabilité. Zineb, Saliha(MO3ALIMA), Nesrine, Hayat, Asema , Nassima et Nassim.*

*Amis d'enfance, vous partagerez toujours une partie de ma vie et de mon coeur. Que Dieu vous procure tout le bonheur que vous méritez Farida et Wahiba.*

*A tous ceux ou celles qui me sont chers et que j'ai omis involontairement de citer.*

*A Tous Mes enseignants tout au long de mes études.*



# Remerciements

*Je remercie en premier lieu Dieu qui m'a donné ce bien là et pour que je vie ce jour et la force et la patience pour terminer ce travail*

*Je voudrais tout d'abord remercier grandement mon directeur de thèse Mr B. Cherki, professeur à l'université Abou Beker Belkaid pour toute son aide. Je suis ravi d'avoir travaillé en sa compagnie, il a toujours été là pour me soutenir et me conseiller au cours de l'élaboration de cette thèse*

*Mes remerciements vont également à Mr B. Benyahia, maître de conférences à l'université Abou Beker Belkaid qui m'a encadré durant tout le long de ce travail, pour sa disponibilité, les conseils et la patience durant cette thèse.*

*Je remercie Madame A. Choukchou Braham, maître de conférences à l'université Abou Beker Belkaid pour m'avoir fait l'honneur de présider ce jury.*

*Je remercie Mr A. Hadj Abdelkader, maître de conférences, à l'université Abou Beker Belkaid d'avoir accepté de participer à mon jury de thèse.*

*Enfin, je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à ma formation et à l'élaboration de ce mémoire.*



# Table des matières

<b>Dédicaces</b>	<b>1</b>
<b>Remerciements</b>	<b>3</b>
<b>Table des matières</b>	<b>7</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>9</b>
<b>Liste des figures</b>	<b>11</b>
<b>Glossaire des notations</b>	<b>13</b>
<b>Résumé</b>	<b>15</b>
<b>Introduction générale</b>	<b>17</b>
<b>1 Généralités sur les systèmes de traitement biologique des eaux usées</b>	<b>19</b>
1.1 Introduction	19
1.2 Pollution des eaux	19
1.3 Mesure de la pollution	20
1.4 Les procédés de traitement des eaux usées	20
1.4.1 Procédés physiques	20
1.4.2 Procédés chimiques	21
1.4.3 Procédés physico-chimiques	21
1.4.4 Procédés biologiques	21
1.5 Traitement de l'azote	22
1.5.1 Origine de l'azote dans les eaux et ses effets	22
1.5.2 Procédés d'élimination de l'azote	23
1.6 conclusion	24
<b>2 Le processus biologique de la nitrification</b>	<b>25</b>
2.1 Introduction	25
2.2 Processus de nitrification	25
2.3 Métabolisme et schéma réactionnel de la nitrification	26
2.3.1 schéma réactionnel du processus de nitrification	26
2.3.2 Caractéristiques de croissance	26

2.3.3	stoechiométrie et rendements	27
2.4	Cinétiques des réactions	28
2.5	Facteurs d'inhibition pour la nitrification	30
2.6	La nitrification partielle	31
2.7	Conclusion	32
<b>3</b>	<b>Modélisation et identification d'un processus de nitrification</b>	<b>33</b>
3.1	Introduction	33
3.2	Modélisation du système de nitrification	33
3.2.1	Présentation du Laboratoire de Biotechnologie de l'environnement de l'INRA de Narbonne	33
3.2.2	schémas réactionnels et équations mathématiques	34
3.3	Identification des systèmes	38
3.3.1	Identifiabilité structurelle	38
3.3.2	Identification pratique	39
3.4	Estimation des paramètres d'un modèle	40
3.4.1	Cas des modèles linéaires par rapport aux paramètres	40
3.4.2	Cas des modèles non linéaires par rapport aux paramètres	41
3.4.3	Méthodes d'optimisation non linéaires	42
3.5	Application au système de nitrification	44
3.5.1	Utilisation des données expérimentales	44
3.5.2	Identification des paramètres du modèle	44
3.5.3	Résultats d'identification	46
3.5.4	Validation du modèle de croissance	48
3.6	conclusion	49
<b>4</b>	<b>Observateurs et estimateurs pour le modèle de nitrification</b>	<b>51</b>
4.1	Introduction	51
4.2	Observation des bioprocédés	51
4.3	La synthèse d'observateurs non linéaires	52
4.4	Observabilité	53
4.4.1	Observabilité des systèmes linéaires	53
4.4.2	Observabilité des systèmes non linéaires	53
4.4.3	Observabilité du système de nitrification à partir de ses sorties	54
4.5	Observateur asymptotique	54
4.5.1	Principe et application au système de nitrification	54
4.5.2	Résultats de simulation et discussion	55
4.6	Observateur par intervalles	56
4.6.1	Application au processus de nitrification	58
4.6.2	Résultats de simulation et discussion	58
4.7	Analyse de la robustesse de l'observateur asymptotique	59
4.7.1	La robustesse vis à vis la variation des valeurs des paramètres	59
4.7.2	La robustesse vis à vis les bruits	60

4.8	Observateur algébrique . . . . .	61
4.8.1	Résultats de simulation et discussion . . . . .	62
4.9	Conclusion . . . . .	64
	<b>Conclusion générale et perspectives</b>	<b>65</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>67</b>



# Liste des tableaux

2.1	rendement de la nitrification [Pambrun]	28
2.2	Rendement cellulaires de bactéries nitrifiantes [Pambrun]	28
2.3	Caractéristiques de croissances des bactéries nitrifiantes	29
2.4	Cnstantes d'affinité $K_s$ des bactéries nitrifiantes	30
3.1	les pointes d'équilibre	37
3.2	Valeurs des paramètres estimés	46



# Table des figures

2.1	Diagramme de répartition du substrat consommé (Spanjers et al., 1998)	27
2.2	Zones d'inhibition des nitrifiants constatées par BOUGARD	30
2.3	le shunt des nitrates	32
3.1	procédure d'identification d'un système	39
3.2	Principe d'identification fondé sur l'erreur de sortie	40
3.3	Les donnés expérimentales des concentrations des variables	45
3.4	La structure des fichiers Matlab pour l'optimisation	45
3.5	L'identification des paramètres	47
3.6	La validation de modèle	48
4.1	Principe d'un observateur	52
4.2	l'estimation des variables $X_1, X_2$ par l'observateur asymptotique	56
4.3	le principe d'un observateur par intervalle.[Dochain]	56
4.4	Les variables $X_1, X_2$ estimées par l'observateur par intervalle (4.25)-(4.27)	59
4.5	Analyse de la robustesse de l'observateur asymptotique si les paramètres $\mu_{max1}$ et $\mu_{max2}$ change de valeur.	59
4.6	Analyse de la robustesse de l'observateur asymptotique si les paramètres $K_1$ , et $K_2$ change de valeur.	60
4.7	Analyse de la robustesse de l'observateur asymptotique si les paramètres $Y_b$ et $Y_a$ change de valeur.	60
4.8	L'estimation des variables $X_1$ et $X_2$ par l'observateur asymptotique en présence de bruits de mesures.	61
4.9	Les variables $X_1, X_2$ estimées par l'observateur algébrique (4.33) et (4.34)	62
4.10	Les mesures $S_1, S_2$ et $S_3$ avec le bruit	63
4.11	L'estimation des variables $X_1, X_2$ estimée par l'observateur algébrique en présence de bruits de mesures.	63



# Glossaire des notations

$(DTO)$	Demande Totale en Oxygène
$(DBO)$	Demande Biologique en Oxygène
$(DCO)$	Demande chimique en oxygène
$NH_4^+$	L' azote ammoniacal
$(NO_3^-)$	Les nitrates
$NO_2^-$	Les nitrites
$(CO_2)$	Le gaz carbonique
$HCO_3^-$	Le carbone minéral
$y_h$	Le coefficient de rendement
$b_h$	La concentration des bactéries réalisant l'oxydation
$\rho_1$	La vitesse de croissance des bactéries nitritantes $X_1$
$\rho_2$	La vitesse de croissance des bactéries nitratantes $X_2$
$\mu_1$	Le taux de croissance des bactéries $X_1$
$\mu_2$	Le taux de croissance des bactéries $X_2$
$\mu_{max1}$	Le taux spécifique maximum de croissance bactérienne nitritantes
$\mu_{max2}$	Le taux spécifique maximum de croissance bactérienne nitratantes
$K_{S1}$	Le coefficient de demi-saturation associée à $S_1$
$K_{S2}$	Le coefficient de demi-saturation associée à $S_2$
$(S_1)$	La concentrations de l'azote
$(S_2)$	La concentrations de nitrite
$(S_3)$	La concentrations de nitrate
$(X1)$	La concentrations en biomasse active nitritante
$(X2)$	La concentrations en biomasse active nitratante
$S_{in}$	Concentration de $S_1$ à l'entrée
$Y_a$	Le rendement de conversion pour la population nitritantes
$Y_b$	Le rendement de conversion pour la population nitratantes
$V$	Volume du bioréacteur
$Q_{in}$	Débit d'entrée
$Q_{out}$	Débit de sortie
$D$	Taux de dilution
$X_i$	Vecteur d'état



# Résumé

Ce mémoire s'intéresse à la modélisation, l'identification et à l'observation d'un système de nitrification. Nous avons présenté dans un premier lieu le modèle du processus de nitrification. Dans un second lieu, nous avons identifié les paramètres du modèle à partir des données expérimentales et nous l'avons validé. Enfin, nous avons proposé des observateurs d'états pour estimer les variables inconnues à savoir, les biomasses bactériennes, à partir des mesures disponibles (les substrats). Trois types d'observateurs sont testés : un observateur asymptotique, un observateur par intervalle et un observateur algébrique. Aussi, nous avons testé la robustesse de ces observateurs vis à vis les bruits de mesures et le changement des valeurs des paramètres du modèle. Cette thèse s'attache à la nitrification des eaux. En effet, suite à la problématique environnementale actuelle liée principalement à la pollution des eaux et plus particulièrement la pollution azotée, il a été démontré que les microorganismes jouent un rôle très important pour la nitrification.



# Introduction générale

L'eau, indispensable à la vie et à toute activité économique, est utilisée à des fins domestiques, industrielles et agricoles. A l'occasion de ces différentes utilisations, l'eau est souvent polluée. Son rejet au milieu naturel sous forme d'effluents plus ou moins pollués peut engendrer à court ou long terme des nuisances graves, tant pour la santé et l'hygiène publiques que pour l'environnement, et avoir des répercussions économiques non négligeables. Il est donc important de traiter ces eaux usées. Parmi les polluants, l'azote, le phosphore et le carbone. L'azote représente 78% de l'atmosphère et 4 à 6 % du poids sec d'un animal. Il constitue entre 16% et 23% des protéines cellulaires et environ 12% des acides nucléiques. L'ensemble des réactions biologiques de croissance et de maintenance requiert la présence de l'élément azote. Par son expansion démographique et géographique, l'homme a transformé les écosystèmes naturels et a modifié le cycle de l'azote. Cette modification a un effet nocif sur l'environnement et sur l'homme et stimuler le développement de certains végétaux et contribuer au phénomène d'eutrophisation, dans l'eau potable. La forme ammoniacale favorise le développement de goûts ou de couleurs, et les formes oxydées (nitrates et nitrites) peuvent présenter un danger pour la santé, particulièrement chez les nourrissons et les femmes enceintes.

Le traitement de l'azote apparaît donc fondamental et l'amélioration des procédés visant à son élimination prend toute son importance. On distingue essentiellement deux types de procédés. Les procédés physico-chimiques et les procédés biologiques de (nitrification-dénitrification) qui s'avèrent habituellement plus économiques que les premiers. Les procédés biologiques de nitrification-dénitrification des eaux usées ont le principe de mettre en contact des micro-organismes avec les polluants dans des réacteurs dont il est possible de contrôler les conditions environnementales. Les réactions biologiques font intervenir trois entités essentielles : les biomasses, les substrats et les produits.

L'automatisation et la commande des bioprocédés touchent toutes les étapes de conception et de fonctionnement incluant la partie hydraulique et biologique. Un des défis majeurs de l'automatisation c'est de développer des procédés fiables, robustes et peu coûteux permettant le traitement simultané ou séquentiel des diverses sources de pollution et l'estimation des paramètres de modèle afin de mieux commander. Or, du fait de la grande variabilité des substrats et la mixité des populations microbiennes, la stabilité, les performances et la robustesse des systèmes de dé-pollution ne peuvent être obtenues que par une pénétration très importante de l'automatique dans leur gestion et leur contrôle.

Ce mémoire s'intéresse à la modélisation du processus de nitrification à partir de la loi de bilan de matières, à l'identification des paramètres du modèle à partir de données expérimentales

et à l'observation des variables inconnues à partir de celles mesurées. Le mémoire est composé de quatre chapitres organisés comme suit :

- Le chapitre 1 porte sur la problématique générale de la pollution de l'eau et la présentation des principaux procédés utilisés pour le traitement des eaux usées. Il précise en particulier les différentes voies de traitement possibles et insiste particulièrement sur la voie biologique ainsi que la pollution azotée et les procédés de son élimination.
  - Le chapitre 2 présente le processus biologique de nitrification et un aperçu général sur l'évolution de la matière organique en présence d'une masse bactérienne, la cinétique de croissance , l'influence de quelques facteurs environnementaux sur cette croissance, ainsi que en parle sur la nitrification partielle.
  - Le chapitre 3 concerne la modélisation et l'identification du processus biologique de la nitrification.
  - Le chapitre 4 s'intéresse à l'application de quelques observateurs d'état au système. L'objectif est d'estimer les biomasses bactériennes à partir de mesures disponibles des substrats.
- A la fin du manuscrit, une conclusion générale est donnée et des perspectives sont proposées.

# Chapitre 1

## Généralités sur les systèmes de traitement biologique des eaux usées

### 1.1 Introduction

Chaque fois que nous prenons une petite gorgée d'eau fraîche, elle est nouvelle pour nous. Mais ce n'est pas une nouvelle eau. Sous cette forme, les molécules qui la composent ont en effet été au coeur de multiples réactions physico-chimiques depuis leur origine et utilisées, en particulier par diverses formes de vie, depuis leur début. Par ailleurs, de nos jours, la masse d'eau globale de la terre est gigantesque mais non uniformément répartie. En outre, sa qualité apparaît bien plus importante que sa quantité. En effet, la qualité de l'eau influe sur l'usage que nous en faisons, mais l'inverse est également vrai. Ainsi, lorsque nous utilisons de l'eau, nous en altérons sa qualité. La dépollution des eaux usées urbaines nécessite une succession d'étapes faisant appel à des traitements physiques, physico-chimiques et biologiques. En dehors des plus gros déchets présents dans les eaux usées, l'épuration doit permettre, d'éliminer la pollution carbonée, azoté et en fin le phosphore.

### 1.2 Pollution des eaux

Nous pouvons définir la pollution des eaux comme une modification défavorable ou nocive de leurs propriété physico, chimique et biologique produite, directement ou indirectement par les activités humaines. Les eaux usées sont d'origine toutes des activités domestique, agricoles et industrielles et elles sont chargées en substances toxiques, qui parviennent dans les canalisations d'assainissement. Le carbone, l'azote et le phosphore sont les polluants les plus nocives dans l'eau, que l'on cherche à éliminer. On distingue essentiellement deux types de polluants :

*Polluants non persistants (biodégradables)* : Ces produits peuvent être décomposés, par voie chimique ou biologique par des microorganismes présents naturellement dans l'environnement, en substances simples et non ou moins polluantes, comme le dioxyde de carbone ou l'azote gazeux.

*Polluants persistants (lentement dégradables)* : Ces produits sont caractérisés par une aptitude très lente à la dégradation physico-chimique ou biologique naturelle. Il s'agit généralement de substances nocives s'ils sont rejetées sans traitement dans l'environnement. On trouve parmi ces polluants des décharges d'ordures ménagères, certains déchets industriels, certains produits

pétroliers, les hydrocarbures aromatiques polycycliques, les substances radioactives comme le strontium, le radium et l'uranium, les métaux comme le plomb.

### 1.3 Mesure de la pollution

Dans le milieu naturel, les microorganismes présents vont utiliser l'oxygène dissous de ce milieu comme source d'énergie pour dégrader la pollution. Il est donc légitime d'utiliser l'oxygène consommé comme indicateur de pollution. Trois analyses fondamentales permettent de caractériser la pollution des eaux usées :

- Demande Totale en Oxygène (*DTO*)

C'est une procédure automatisée qui oxyde les déchets ou les eaux usées en présence d'un catalyseur dans une chambre de combustion à  $900^{\circ}\text{C}$ . La quantité d'oxygène consommée représente la valeur de *DTO* englobant l'oxygène utilisé dans l'oxydation des substances organiques et inorganique, ainsi que les produits non-biodégradables .

- Demande Biologique en Oxygène (*DBO*)

Elle représente la quantité d'oxygène consommée à  $20^{\circ}\text{C}$  et à l'obscurité pendant un temps donné pour assurer, par voie biologique, l'oxydation des matières organiques présentes dans l'eau. On utilise conventionnellement la  $DBO_5$ , c'est-à-dire la quantité d'oxygène consommée après 5 jours d'incubation. Théoriquement, la  $DBO_5$  ne représente que la pollution organique carbonée biodégradable.

- Demande chimique en oxygène (*DCO*)

C'est la quantité d'oxygène nécessaire pour dégrader la matière organique par voie chimique par un oxydant. Pour la mesure de la (*DCO*), on utilise du bichromate de potasse et l'oxydation se fait à chaud en milieu acide concentré. La valeur du rapport  $DCO/DBO$  indique le coefficient de biodégradabilité généralement la *DCO* égale 1.5 à 2 fois la *DBO* pour les eaux usées urbaines ,1 à 10 fois la *DBO* pour les eaux résiduaire,et supérieur à  $2.5DBO$  pour les eaux usées industrielle. Pour plus de détails, le lecteur peut se référer à [J.Rvaillant].

### 1.4 Les procédés de traitement des eaux usées

Dans cette section, avant d'entamer notre processus de nitrification, nous tenterons d'éclairer quelques points sur les procédés de traitements. Il n'est pas simple de décrire de façon complète les différents procédés et filières de traitement, mais on a essayé de présenter une classification générale de ces procédé [Grégorio].

#### 1.4.1 Procédés physiques

Les effluents doivent subir avant le traitement proprement dit, un prétraitement comportant un certain nombre d'opérations à caractère physique ou mécanique. Le but est dans ce cas d'extraire et d'éliminer de l'eau les éléments solides en suspension ou en flottation et qui pourraient constituer une gêne pour les traitements ultérieurs. Les plus courants sont :

- le dégrillage, déshuilage

Le dégrillage permet d'éliminer les corps flottants et les gros déchets par une grille placée en travers du canal afin de protéger les installations . Le déshuilage est une opération de séparation liquide-liquide, qui vise à éliminer la présence des corps gras dans les eaux usées.

- la décantation

En utilisant les forces de gravité pour séparer les particules de densité supérieure des celles du liquide.

- La centrifugation

Opération de séparation par action de la force centrifuge du mélange, entraînée dans un mouvement de rotation.

- La flottation

Visant à séparer les phases solides des phases liquides par la poussée Archimède, en faisant flotter naturellement les floes de faible densité , qui remontent librement à la surface.

### 1.4.2 Procédés chimiques

Les traitements par voie physique transfère le polluant de l'effluent à traiter vers un compartiment récepteur, qui devra être à son tour détruit. Les procédés de destruction reposent sur des techniques chimiques basées sur des réactions d'oxydation. Il est nécessaire de neutraliser les eaux trop acides ou trop alcalines. Il existe deux grands type :

- Le traitement d'oxydation classique (oxydation chimique ou oxydation catalytique )

selon les cas. On emploie de l'acide sulfurique ou la soude ou le carbonate de chaux. L'oxydation par des agents tel que le chlore et l'ozone agit sur les métaux et sur les matières organiques et détruit totalement ou partiellement les germes vivants et les virus.

- L'oxydation par voie électrochimique

Soit par les échanges d'ions soit par la neutralisation où l'acidification agissent sur le  $pH$ .

### 1.4.3 Procédés physico-chimiques

Ils sont utilisés en général comme moyen de traitement complémentaires. Ces procédés combinent les principe de la chimie et de la physique pour but d'éliminer les colloïdes matière en suspension (MES).

- la coagulation

Elle annule les charges électriques des particules en suspension par ajout de réactifs minéraux.

- la floculation

La floculation est une étape fondamentale du traitement primaire de l'eau, pour laquelle on utilise des agents dits floculants, tels des ions métalliques ou des macromolécules afin de favoriser l'accumulation des matières en suspension.

### 1.4.4 Procédés biologiques

Le traitement biologique reproduit un phénomène d'auto-épuration qui se déroule naturellement dans les milieux récepteur e.g, rivières et lacs. Toutes les réactions biologiques intervenant

dans la nature peuvent être reproduites dans à industrielle du traitement de l'eau.

La voie biologique pour traiter la pollution c'est la plus utilisée pour restaurer la qualité de l'eau, en la débarrassant de ses principales substances polluantes avec la condition que l'eau ne contienne pas de toxique pour l'écosystème. Le principe de l'épuration par voie biologique consiste à mettre en contact avec une masse microbienne. Cette dernière masse microbienne peut être active en présence d'oxygène (voie aérobie) ou en son absence (voie anaérobie) [Grégorio].

On aura deux phases :

- phase biologique : transformation de la pollution dissoute en gaz ou en biomasse.
- phase physique : séparation de la biomasse épurative de l'eau épurée par la décantation. Pour ne pas avoir une forte concentration des microorganismes il y a un système permet le recyclage de la biomasse (bous activée) et le brassage pour évité la décantation dans les réacteur.

#### 1.4.4.1 Le métabolisme aérobie

Il s'opère dans un grand bassin comportant un système d'aération artificielle, qui assure l'oxygénation des eaux usées, afin de réussir une oxydation biochimique de la matière organique présente. Cette oxydation permet le développement des microorganismes et des produits de cette oxydation.

#### 1.4.4.2 Le métabolisme anaérobie

Le métabolisme anaérobie est la dégradation biologique des substances organiques en absence de l'oxygène. Il en résulte une certaine économie mais il y a nécessité d'opérer à des température de 30° à 55°, dans ce cas les bactérie utilisent les nitrates ( $NO_3^-$ ) et les sulfates pour dégrader la matière organique.

### 1.5 Traitement de l'azote

Dans la nature l'azote représente le principal composant de la biosphère. Il est actuellement un élément principal de la production agricole, mais aussi une des substances principales de nuisance à l'environnement. Avant de parler du traitement de l'azote, on doit d'abord se poser les questions suivantes : qu'elle est l'origine de l'azote dans l'eau et quels sont ses effets sur l'organisme et sur l'environnement ?

#### 1.5.1 Origine de l'azote dans les eaux et ses effets

*Origine de l'azote dans les eaux* : Dans la nature l'azote représente le principal composant de la biosphère, d'une part il est un élément principal de la productivité agricole et de l'autre part une des substances principales de nuisance à l'environnement. Il figure parmi les composés d'intérêt prioritaire des lois de protection de l'environnement de la plupart des pays. Les origines de l'azote des eaux usées sont multiples. Ce sont essentiellement le développement

des industries métallurgiques et chimiques, où l'azote est essentiellement soluble et présent sous forme organique ou sous forme d'ions ammonium  $NH_4^+$ . Ainsi, l'origine des nitrates dans les eaux de nappe est agricole, comme les engrais azotés épandus sur les sols, qui contiennent des nitrates ou des composés qui seront transformés en nitrates par la faune microbienne du sol. Même s'ils sont indispensables aux productions végétales, leur excès est néfaste car, très solubles dans l'eau, ils sont facilement entraînés [Marie].

Dans la plupart des rejets liquides et solides des activités potentiellement nuisibles à l'environnement, l'azote existe sous deux formes : la forme organique non oxydée peu soluble, (N-organique) et la forme minérale soluble azote ammoniacal  $NH_4^+$  ou  $NH_3^+$ , nitrite  $NO_2^-$  nitrate  $NO_3^-$  ).

**Les effets de l'azote** : La présence d'ions nitrates dans les eaux engendre deux principaux impacts :

1) Impact sanitaire : les nitrates ne présentent aucune toxicité pour la vie animale des milieux aquatiques. La forme ammoniacale, par contre, peut provoquer de graves intoxications lorsque la capacité d'oxydation du milieu est saturée et que le *pH* atteint des valeurs élevées propices à la forme non dissociée ( $NH_3$ ) très toxique (G. Barroin et al., 1996). Concernant la dangerosité des nitrites, nous pouvons apporter les arguments suivants La réduction des nitrates en nitrites est le résultat d'une transformation bactérienne qui dépend de plusieurs facteurs de milieu et qui nécessite du temps. Cette transformation provoque un risque sur la santé humaine [Calvet].

2) Impact sur l'environnement : l'augmentation des teneurs en nitrates ( $2 - 5 mg/l NO_3^-$ ) dans les eaux a également un impact sur l'environnement, car ça contribue à l'apparition du phénomène d'eutrophisation de certains milieux aquatiques.

L'eutrophisation est décrite comme la dégradation particulière de la qualité des eaux calmes tels que les lacs. Ce processus naturel est très lent, il peut s'étaler sur des siècles ou des millénaires, et parfois sur de plus longues périodes encore. Les nitrates en excès dans l'eau sont une des causes, avec les phosphates, de l'eutrophisation des milieux aquatiques. L'eutrophisation d'un milieu aquatique se caractérise par une prolifération de plantes et d'algues, qui réduisent la teneur en oxygène, parfois jusqu'à une teneur létale et par conséquent une mortalité des espèces aquatiques animales. Pour toutes ces raisons, il est important d'éliminer l'azote avant le rejet.

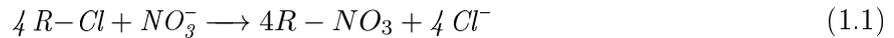
## 1.5.2 Procédés d'élimination de l'azote

Le traitement de l'azote apparaît donc fondamental et l'amélioration des procédés visant à son élimination est très importante. On distingue essentiellement deux types de procédés : Les procédés physico-chimiques et les processus biologiques de nitrification-dénitrification. Les derniers sont actuellement très utilisés, car ils sont plus économiques que les premiers.

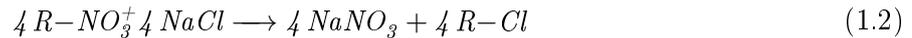
### 1.5.2.1 Traitements physico-chimiques

Les procédés physico-chimique où l'on utilise des résines échangeuses d'ions, qui sont des produits synthétiques possédant des fonctions chimiques actives capables, sous certaines conditions d'échanger certains ions contre d'autres. On distingue les résines cationiques, échangeurs d'ions électropositifs (cations), les résines anioniques, échangeurs d'ions électronégatifs (anions).

Le schéma réactionnel suivant explique le principe d'échange d'ion.



A la sortie, l'eau dénitrée est mélangée avec de l'eau brute permettant d'obtenir à la distribution une teneur résiduelle en nitrates  $\leq 25mg/1$ . Cependant, la production de l'échangeur doit être arrêtée lorsque la résine atteint un niveau de saturation le schéma réactionnel suivant explique le principe :

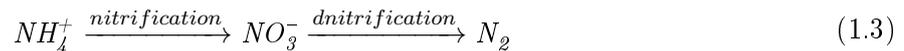


Les nitrates déplacés peuvent être :

- Rejetés dans une station d'épuration des eaux usées.
- Délivrés à une industrie de fabrication d'engrais azotés.

### 1.5.2.2 Traitements biologiques

Le traitement aérobie par boues activées (traitements biologiques) constituent un moyen relativement efficace pour l'élimination de la pollution azotée et carbonée. Les processus biologiques ont l'avantage de ne générer aucun déchet secondaire nuisible, contrairement aux méthodes physico-chimiques. Les extraits du procédé sont du gaz carbonique ( $CO_2$ ), des vapeurs d'eau ( $H_2O$ ) ainsi qu'une concentration de la biomasse. La technique d'élimination de l'azote c'est par deux étapes nitrification et la dénitrification. Dans la première étape la nitrification, l'ion ammonium est oxydé en nitrate  $NO_3^-$ . Dans la deuxième étape appelée dénitrification, on a une réduction du nitrate en azote gazeux  $NO_2^-$  [Marie] . La formule générale de la nitrification et la dénitrification .



Dans le chapitre suivante, nous revenons avec détails sur le procédé de nitrification.

## 1.6 conclusion

Dans ce premier chapitre, nous avons rappelé le problème de la pollution des eaux, et en plus particulièrement la pollution azotée. Ainsi, nous avons exposé les procédés de traitement des eaux usées. Il est clair que les traitement qui existent peuvent réduire les concentrations des polluants sous toutes leurs formes, à des niveaux qui sont moins dangereux.

## Chapitre 2

# Le processus biologique de la nitrification

### 2.1 Introduction

L'azote est la seconde source de pollution qu'il faut éliminer, c'est avec la nitrification qu'on peut faire ça. La nitrification est un processus contrôlé par l'action de certains micro-organismes spécifiques. Elle n'a pas d'impact sur le bilan global des écosystèmes, puisqu'elle n'ajoute pas des produits nocifs sur l'environnement, mais elle change uniquement son degré d'oxydation. C'est pour cela qu'elle a une importance dans les écosystèmes, dans ce chapitre, nous présentons en détail ce processus

### 2.2 Processus de nitrification

La nitrification est un processus biologique de traitement de l'azote à deux étapes :

- **La nitrification** : c'est l'oxydation de l'ammonium ( $NH_4^+$ ) en nitrites  $NO_2^-$  par des bactéries nitrifiantes, qui utilisent le carbone minéral ( $HCO_3^-, CO_2$ ) comme source de carbone, des molécules inorganiques ( $NH_4^+, NO_2^-$ ) comme source d'énergie (donneurs d'électrons) et l'oxygène comme accepteur final d'électrons dans la chaîne respiratoire.
- **La nitrification** : c'est l'oxydation des nitrites  $NO_2^-$  en nitrates  $NO_3^-$ , par bactéries nitrifiantes utilisant le carbone minéral ( $HCO_3^-, CO_2$ ) comme source de carbone, de source d'énergie les molécules inorganiques ( $NH_4^+$  et le nitrite formé précédemment  $NO_2^-$ ) comme source d'énergie (donneurs d'électrons) et l'oxygène comme accepteur final d'électrons dans la chaîne respiratoire [Marie] .

Le schéma générale de la nitrification est donné par :



On distingue deux types de nitrification :

- La nitrification autotrophe qui est caractérisée par l'utilisation de substrats inorganiques comme source d'énergie pour la croissance bactérienne.
- La nitrification hétérotrophe qui est réalisée par des micro organismes hétérotrophes utilisent les composés organiques pour en tirer leur énergie. Elle concerne plusieurs groupes de bactéries, de champignons et d'algues, etc. Elle est encore assez mal connue et peu maîtrisée.

## 2.3 Métabolisme et schéma réactionnel de la nitrification

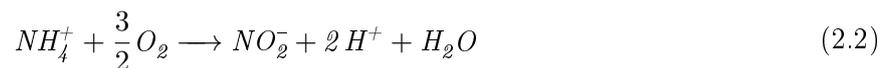
Le métabolisme est l'activité d'une cellule, ou plus généralement d'un organisme vivant, qui permet son maintien et son évolution. Il s'agit d'un ensemble de transformations physico-chimiques moléculaires et énergétiques, des réactions biochimiques qui consomment de l'énergie et qui catalysées par des enzymes. Un métabolisme regroupe les réactions de synthèses cellulaires appelées anabolisme et les réactions de dégradation libérant de l'énergie dites catabolisme. Les bactéries nitrifiantes ont un métabolisme autotrophe et strictement aérobie. On les retrouve dans plusieurs écosystèmes naturels notamment les eaux usées, les milieux aquatiques, les sols et les roches.

### 2.3.1 schéma réactionnel du processus de nitrification

Le schéma réactionnel simplifié de la nitrification se subdivise en deux étapes. Ces deux étapes sont complémentaires, où le produit de la première constitue un substrat pour la deuxième [Pambrun].

*La réaction de nitritation*

La réaction de nitritation (oxydation de l'ammonium  $NH_4^+$ ) réalisée par les bactéries nitritantes est décrite par l'équation chimique suivante :



*La réaction de Nitratation*

La réaction de nitratation (oxydation des nitrites  $NO_2^-$ ) est effectuée par les bactéries nitratantes, selon la relation suivante :



### 2.3.2 Caractéristiques de croissance

Les microorganismes nitrifiants vivent en communauté. Dans le cas des milieux de cultures tout comme en Station d'ÉPuration des eaux usées (STEP), elles ont la propension de coloniser les surfaces et croître en amas appelés agrégats biologiques [BOUGARD]. Au cours de la nitrification, une grande partie (80 %) de l'énergie libérée par l'oxydation des sources d'énergie ( $NH_4^+$ ,  $NO_2^-$ ), est utilisée pour la fixation du  $CO_2$ , et quelques pourcents sont utilisés pour la croissance cellulaire

( 2 à 11 %)et, le reste est sous forme de réserve. Cette répartition de l'utilisation du substrat peut être représentée par le diagramme de la figure N(2.1).

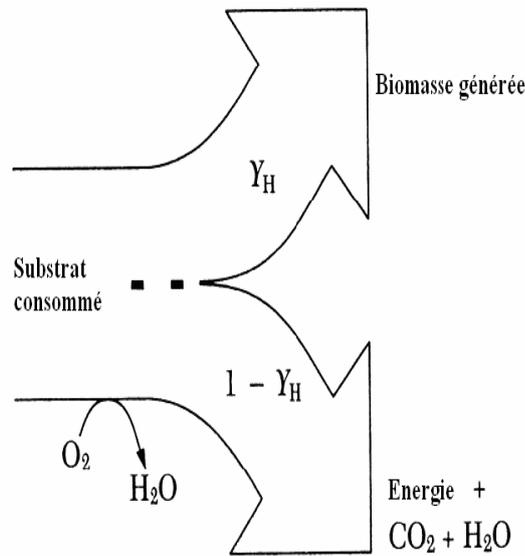


FIGURE 2.1 – Diagramme de répartition du substrat consommé (Spanjers et al., 1998)

### 2.3.3 stoechiométrie et rendements

Les activités de dégradation des populations nitrifiantes peuvent être quantifiées en  $(g.N.L^{-1}.h^{-1})$  en déterminant les cinétiques de consommation de l'ammonium ou du nitrite. L'évaluation des coefficients stoechiométriques se fait généralement à condition de connaître le coefficient de rendement des bactéries ammoniac-oxydantes. Un substrat converti est divisé en deux fraction [Djalel].

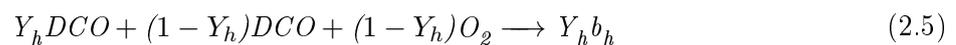
- une fraction du substrat est transformée en biomasse selon l' équation (2.4), où  $y_h$  est le coefficient de rendement.

$$Y_h = \frac{\Delta b_h}{\Delta DCO} \quad (2.4)$$

$b_h$  est la concentration des bactéries réalisant l'oxydation

- Pour 1g deDCO éliminée produit un rendement de  $Y_H$  de biomasse. Le reste du substrat  $(1 - Y_H)$  étant dégradé et converti en gaz ou produits.

L'équation des rendements est donnée par :

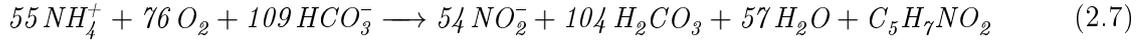


Après la simplification de l'équation biologique, en la divisant par  $Y_h$ , on obtient :

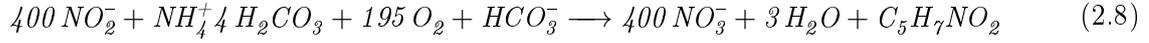


Les réactions stoechiométriques données dans la littérature sont représentées pour chacune des deux étapes de la nitrification par les équations ci-dessous [Djalel] .

Réaction de nitritation



Réaction de nitratisation



Le Tableau 2.1 résume les rendements associés aux équations 2.7 et 2.8, sachant que les besoins en oxygène sont le plus souvent estimés à partir des équations 2.1 et 2.2 : l'oxydation d'un gramme d'azote ammoniacal nécessite 4,57g d'oxygène soit 3,43g pour la nitritation et 1,14g pour la nitratisation .

Le Tableau 2.2 présente le rendement cellulaires de bactéries nitrifiantes les références de la littérature.

TABLE 2.1 – rendement de la nitrification [Pambrun]

	Nitritation	Nitratisation
Rendement biomasse/N oxydé(.X. <sup>-1</sup> .N)	0.15	0.02
Rendement biomasse/O <sub>2</sub> consomm(.X. <sup>-1</sup> .O <sub>2</sub> )	0.047	0.01800
Rendement O <sub>2</sub> consomm/Noxyd(.X/.N)	3.16	1.11

TABLE 2.2 – Rendement cellulaires de bactéries nitrifiantes [Pambrun]

	Bactéries nitritation	Bactéries nitratisation
Rendement théorique culture pure(EPA(1975))	0.29	0.084
Rendement expérimental (Stratton and Carty(1967))	0.047 à 0.13	0.02 à 0.07

## 2.4 Cinétiques des réactions

Les fonctions cinétiques des réactions sont notées  $\rho_1(S_1)$  et  $\rho_2(S_2)$ . Elles représentent la vitesse de croissance de la biomasse et elles dépendent des conditions environnementales, de la biomasse et du substrat :

$$\rho_1(S_1) = \mu(S_1)X_1 \quad (2.9)$$

$$\rho_2(S_2) = \mu(S_2)X_2 \quad (2.10)$$

$\rho_1$  est la vitesse de croissance des bactéries nitritantes  $X_1$  et,  $\rho_2$  est la vitesse de croissance des bactéries nitratantes  $X_2$ . Les termes  $\mu_1, \mu_2$  représentent le taux de croissance des bactéries  $X_1, X_2$  respectivement. Le taux de croissance spécifique  $\mu(S_i)$  a un rôle essentiel dans la description de tous les processus biologiques. En particulier, c'est lui qui décrit les non- linéarités du système.

La croissance de la biomasse autotrophe peut être représentée par une loi de type Monod (1942). *Modèle de MONOD* : Le modèle qui a été proposé en 1942 (appelé aussi modèle de Michaelis Menten) pour la description d'un mécanisme réactionnel enzymatique. Ce modèle permet de modéliser l'évolution d'une population bactérienne s'alimentant d'un substrat de concentration  $S$  sans tenir compte d'aucun effet inhibiteur. Selon MONOD le taux de croissance microbienne s'exprime selon la relation :

$$\mu_S = \mu_{max} \frac{S}{S + K_s} \quad (2.11)$$

$\mu_{max}$  représente le taux spécifique maximum de croissance bactérienne.

$S$  la concentration en substrat dans le milieu de culture,  $K_s$  le coefficient de demi-saturation.

Dans ce cas, la fonction de croissance  $\mu(s)$  vérifie les propriétés suivantes :

- $\mu(0) = 0$
- $\mu(\infty) = \mu_{max}$
- $\mu'(s) > 0$  pour  $S > 0$
- De (2.11) Lorsque  $S$  est proche de  $K_s$  ( $S = K_s$ ) le taux de croissance tend vers la valeur de demi saturation.
- Si ( $S \gg \gg K_s$ ) le taux de croissance tend vers sa valeur maximale  $\mu_{max}$ .

Les taux maximaux de croissance sont constants pour un  $pH$  neutre et une température optimale. Ils représente la potentialité maximale de croissance de ces micro-organismes, lorsque les différents substrats ( $S_1, S_2$ ) sont non limitant et lorsqu'il n'existe aucune inhibition.

En effet, la valeur du taux de croissance est liée à plusieurs paramètres : température, teneur en oxygène dissous  $pH$ , concentration en produits d'oxydation, coefficient de demi-saturation.

Le Tableau 2.3 présente les différentes valeurs du taux de croissance maximum. On remarque qu'il y a des incertitudes entre les estimations des taux de croissance selon les références de la littérature.

Le Tableau 2.4 présente les différentes valeurs de la constante de demi saturation pour les substrats azotés donnés dans la littérature.

TABLE 2.3 – Caractéristiques de croissances des bactéries nitrifiantes

	Taux de croissance $\mu_{max}$ (h <sup>-1</sup> )	Taux de croissance $\mu_{max}$ (j <sup>-1</sup> )	Auteurs
Nitritantes	0,088	2,1	Skinner et Walker (1961)
Nitritantes	0,02	0.48-0,72	Drozed(1980)
Nitritantes	0,036	0,86	Helder et Vries (1983)
Nitritantes	0,033-0,066	0.76-1.58	Belser et Schmidet (1980 )
Nitritantes	0.029	0.8	Balmellz et al (1991)
Nitritantes	0.014	0.34	Glover (1985)
Nitratantes	0.051	1.2	Gould et lees (1960)
Nitratantes	0.058	1.39	Keen et Prosser (1987)
Nitratantes	0,043	1.03	Schon (1965)
Nitratantes	0,039	0,95	Gay et Corman (1984)
Nitratantes	0,025-0,033	0,6-0.79	Glover (1985)

TABLE 2.4 – Constantes d'affinité  $K_s$  des bactéries nitrifiantes

	Constantes d'affinité pour le substrat azoté	Auteurs
Nitritantes	$0,3-0,7mgN - NH_4L^{-1}$	Henze et al (997)
Nitritantes	$0,6mgN - NH_4L^{-1}$	Metcalf et Eddy (1991)
Nitritantes	$0,2-2 mgN - NH_4L^{-1}$	Balmelle et al (1991)
Nitritantes	$0,7mgN - NH_4L^{-1}$	Edeline(1979)
Nitratantes	$0,8-1,2mgN - NH_4L^{-1}$	Henze et al (997)
Nitratantes	$1,4mgN - NH_4L^{-1}$	Metcalf et Eddy (1991)
Nitratantes	$0,2-5 mgN - NH_4L^{-1}$	Balmelle et al (1991)
Nitratantes	$1,1 mgN - NH_4L^{-1}$	Edeline (1979)

## 2.5 Facteurs d'inhibition pour la nitrification

D'une manière générale, la croissance des bactéries nitrifiantes est contrôlée par un certain nombre de facteurs physiques (disponibilité du substrat, excès ou manque de substrats, température, oxygène dissous,  $pH$ ) et de facteurs biologiques. En effet un de ces facteurs peut inhiber le processus de la nitrification [BOUGARD].

**La température** : la température optimale de croissance des bactéries nitrifiantes est comprise entre  $28^\circ C$  et  $36^\circ C$ . Une température moins  $24^\circ C$  et plus de  $40^\circ C$  peut inhiber la nitrification. Les constantes de croissance ( $\mu_{max}$  et  $K_S$ ) dépendent fortement de cette température.

**Le  $pH$**  : l'activité des microorganismes nitrifiants est très sensible au  $pH$ . Dans la nature ces bactéries peuvent croître dans une large plage de  $pH$  entre 5 et 8. Cependant, leur croissance et leur activité optimales se situent aux environs d'un  $pH$  compris entre 7.5 et 9. La vitesse de nitrification diminue avec la diminution du  $pH$ . Le  $pH$  agit via l'ammoniac ( $NH_3$ ) et l'acide nitreux ( $HNO_2$ ) toxiques pour les micro-organismes nitrifiants et dont les concentrations sous forme libre sont dépendantes du  $pH$ .

En effet, l'ammoniac libre ( $NH_3$ ) et l'acide nitreux ( $HNO_2$ ) ont un effet inhibiteur sur Nitrosomonas à partir de 10 à  $150mg.L^{-1}$  de ( $NH_3$ ) et pour Nitrobacter les ( $NH_3$ ) ont une inhibition à partir de 0,1 à  $50000 mg.l^{-1}$ . Un  $pH > 8$  favorise l'apparition de ( $NH_3$ ) et un  $pH$  faible ( $pH < 6$ ) favorise la présence de ( $NH_2$ ) [BOUGARD]

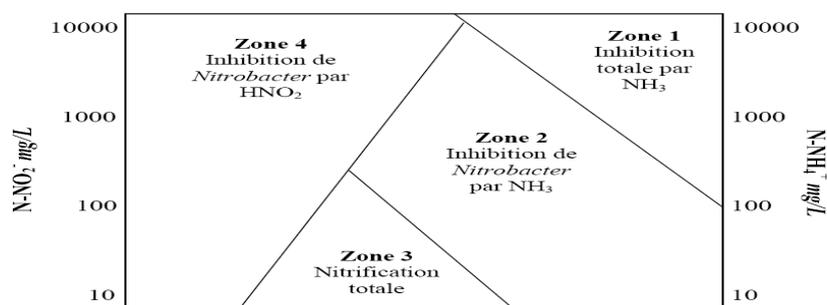


FIGURE 2.2 – Zones d'inhibition des nitrifiants constatées par BOUGARD

Sur cette figure, on distingue :

Zone 1 : Inhibition de Nitrobacter et Nitrosomonas par  $NH_3$ .

Zone 2 : Inhibition de Nitrobacter par  $NH_3$ .

Zone 3 : Nitrification complète,

Zone 4 : Inhibition de Nitrobacter par  $HNO_2$ .

Ces différentes délimitations montrent qu'à des valeurs basses du  $pH$  l'inhibition est due à la formation de  $HNO_2$ , et qu'à un  $pH$  élevé, elle est provoquée par  $NH_3$ .

**La teneur en oxygène dissous** : L'oxygène dissous est utilisé comme accepteur final d'électrons par les bactéries nitrifiantes. De ce fait, un manque en oxygène dissous peut provoquer un ralentissement et même un arrêt de la réaction. Le taux de nitrification se maintient à 100% pour des concentrations en oxygène dissous supérieures ou égales à  $3g$ . Les bactéries nitrifiantes sont donc plus sensibles aux faibles concentrations en oxygène dissous que les bactéries nitrifiantes [BOUGARD].

**Les composés toxiques pour la nitrification** : La nitrification est inhibée par une large variété de composés. On peut citer notamment les métaux lourds (comme le cuivre, le nickel, le cobalt, le zinc et le chrome), les aminés, les phénols, les composés cyclique azotés et les composés contenant le groupe S-C-N. Ainsi que la limitation des substrats peut inhiber la nitrification.

**Les facteurs biologiques** L'activité de nitrification peut être considérablement influencée par l'âge des boues. En effet, vu le faible taux de croissance des nitrifiants, un âge de boues élevé permet d'accumuler la biomasse et favoriser une meilleure activité de nitrification. C'est pourquoi ce critère est parfois utilisé comme stratégie de suivi de procédé, conduisant à la minéralisation des boues (et donc une faible production des boues). par contre Les bactéries nitrifiantes peuvent être inhibées par les produits de leur propre activité biologique. Ainsi, les produits d'oxydation (notamment le nitrite et le nitrate) peuvent être inhibiteurs respectivement pour les genres Nitrosomonas et Nitrobacter à des concentrations extrêmement élevées ( $300 - 4000mg.L^{-1}$ )

## 2.6 La nitrification partielle

Depuis longtemps l'accumulation de nitrites ( $NO_2^-$ ) observée dans les stations d'épuration est considérée indésirable, signe d'un dysfonctionnement de l'usine ou de présence de toxiques. L'inhibition des bactéries Nitrobacter peut être un traitement particulier de l'azote la zone 2 et la zone 4 sur la figure(2.2) [Pambrun]. La nitrification partielle, soit l'accumulation de nitrites, peut également être possible en inhibant l'activité et la croissance des bactéries de type Nitrobacter, responsables de l'oxydation des nitrites comme elle est représenté sur la figure2.3

Le fait de stopper l'oxydation de l'ammonium au stade du nitrite présente de nombreux avantages économiques par rapport à un système conventionnel :

- une réduction de 25% des besoins en oxygène pour la nitrification, la réaction de nitrification n'ayant alors pas lieu.
- une réduction d'environ 40 % percent des besoins en carbone pour la dénitrification.
- une production de biomasse plus faible.

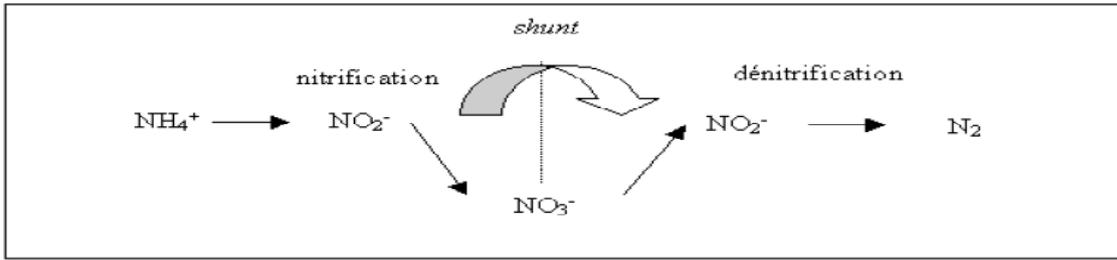


FIGURE 2.3 – le shunt des nitrates

## 2.7 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté le processus biologique de la nitrification et l'évolution de la masse bactérienne autotrophes, la cinétique de croissance et en fin l'influence de quelques facteurs de l'environnement sur cette nitrification.

## Chapitre 3

# Modélisation et identification d'un processus de nitrification

### 3.1 Introduction

Très souvent, l'automaticien se retrouve dans la situation où il doit régler un système dont il ne connaît pas le modèle. Il va donc rechercher ce dernier par des méthodes expérimentales à partir de lois physiques. Le modèle obtenu sera susceptible de décrire au mieux le comportement du système dans son environnement. L'identification est une opération qui consiste à déterminer les paramètres du modèle dynamique d'un système à partir des mesures de ses entrées et ses sorties. Pour les bioprocédés, les modèles sont souvent mal connus et à paramètres incertains. Dans ce chapitre, nous présentons un modèle du processus de nitrification et nous identifions ses paramètres à partir des mesures réelles obtenues du LBE (laboratoire de Biotechnologie de l'environnement, Narbonne)

### 3.2 Modélisation du système de nitrification

#### 3.2.1 Présentation du Laboratoire de Biotechnologie de l'environnement de l'INRA de Narbonne

Le Laboratoire de Biotechnologie de l'environnement (LBE) situé à Narbonne est une unité propre de recherche de l'institut National de la Recherche Agronomique (INRA) rattachée, pour la partie scientifique, aux départements Environnement et Agronomie (EA) et Microbiologie et Chaîne Alimentaire (MICA) ainsi qu'au Centre INRA de Montpellier pour la partie administrative. Symbolisées par la production de bioénergies (eg., via le biométhane et le biohydrogène par des écosystèmes anaérobies), les recherches du LBE cherchent à traiter et valoriser les rejets de l'activité humaine qu'il s'agisse d'effluents. Il bénéficie d'une implantation de  $4757m^2$  de surface dont  $1882m^2$  de halle expérimentale, et d'un équipement scientifique et analytique performant, avec plus de 50 digesteurs (1 litre à plusieurs  $m^3$ ) en opération 24 h /24 et 365j / an. Pour plus d'information voila le Site(s) *Webhttp* : [//www.montpellier.inra.fr/narbonne](http://www.montpellier.inra.fr/narbonne)

### 3.2.2 schémas réactionnels et équations mathématiques

Afin de simuler le système de nitrification de manière dynamique, un modèle mathématique est proposé. Il permet de décrire par des équations différentielles ordinaires, les réactions biologiques de la nitrification. Cette modélisation est fondée sur la loi de bilan de masses. Dans notre modélisation on suppose que la nitrification de l'azote ammoniacal se fait uniquement en présence d'oxygène non limitant selon une cinétique de type Monod. La mortalité des bactéries nitrifiantes notées  $X_1$  et les bactéries nitratantes notées  $X_2$  n'est pas prise en compte dans le réacteur et en fin, le réacteur est suppose parfaitement mélangée. Le modèle utilise cinq variables d'état : Les concentrations en azote ( $S_1$ ), en nitrite ( $S_2$ ) et en nitrate ( $S_3$ ), ainsi que les concentrations en biomasse active nitrifiante ( $X_1$ ) et nitratante ( $X_2$ ).

- - Les schémas réactionnels

Nitritation : L'ammonium  $S_1$  est transformé en nitrites  $S_2$  par les bactéries  $X_1$ , selon le schéma suivant :



Nitratation : Les nitrites  $S_2$  sont convertis en nitrates  $S_3$  par les bactéries  $X_2$ , selon le schéma suivant :



$r_1$  et  $r_2$  représentent les vitesses des réactions biologiques, avec : Les taux croissance spécifiques des biomasses,  $\mu_1(S_1)$  et  $\mu_2(S_2)$ , avec :

$$r_1 = \mu_1(S_1) X_1 \quad (3.3)$$

Et

$$\mu_1 = \mu_{max1} \frac{S_1}{S_1 + K_1} \quad (3.4)$$

où :  $\mu_{max1}$  est le taux de croissance maximum de  $X_1$  sur  $S_1$ ,  $K_1$  est la constante de demi-saturation associée à  $S_1$ .

$$r_2 = \mu_2(S_2) X_2 \quad (3.5)$$

Et

$$\mu_2 = \mu_{max2} \frac{S_2}{S_2 + K_2} \quad (3.6)$$

où :  $\mu_{max2}$  est le taux de croissance maximum de  $X_2$  sur  $S_2$ ,  $K_2$  est la constante de demi-saturation associée à  $S_2$ .

*Équations mathématiques de bilan de masses* : A partir des schémas réactionnels (3.1) et (3.2) et en appliquant la loi de bilan de masses à chacun des composants réactionnel du vecteur d'état

$\xi = [X_1, S_1, X_2, S_2, S_3]^T$  , nous avons :

$$\frac{d\xi}{dt} = \zeta(\text{rentrant}) - \zeta(\text{sortant}) + \zeta(\text{produit}) - \zeta(\text{consommé/mort})$$

Equation de X1

$$\frac{d(VX_1)}{dt} = 0 - Q_{out} * X_1 + \mu_1(S_1) * V * X_1 \quad (3.7)$$

Equation de S1

$$\frac{d(VS_1)}{dt} = Q_{in} * S_{in} - Q_{out} * S_1 + 0 - \frac{1}{Y_a} * \mu_1(S_1) V * X_1 \quad (3.8)$$

Equation de X2

$$\frac{d(VX_2)}{dt} = 0 - Q_{out} * X_2 + \mu_2(S_2) * V * X_2 \quad (3.9)$$

Equation de S2

$$\frac{d(VS_2)}{dt} = 0 - Q_{out} * S_2 + \frac{1}{Y_a} * \mu_1(S_1) * V * X_1 - \frac{1}{Y_b} * \mu_2(S_2) * V * X_2 \quad (3.10)$$

Equation de S3

$$\frac{d(VS_3)}{dt} = 0 - Q_{out} * S_3 + \frac{1}{Y_b} * \mu_2(S_2) * V * X_2 \quad (3.11)$$

Supposons que le milieu réactionnel est homogène et que  $Q_{in} = Q_{out}$ . Posons  $D = Q_{in}/V$  , avec V le volume du bioréacteur.

En divisant (7,8,9,10,11) sur V, on obtient le modèle suivant :

$$\dot{X}_1 = (\mu_1(S_1) - D)X_1 \quad (3.12)$$

$$\dot{S}_1 = \frac{-(\mu_1(S_1))}{Y_a} X_1 + D(S_{in} - S_1) \quad (3.13)$$

$$\dot{X}_2 = (\mu_2(S_2) - D)X_2 \quad (3.14)$$

$$\dot{S}_2 = \frac{\mu_1(S_1)}{Y_a} X_1 - \frac{\mu_2(S_2)}{Y_b} X_2 - S_2 D \quad (3.15)$$

$$\dot{S}_3 = \frac{\mu_2(S_2)}{Y_b} X_2 - S_3 D \quad (3.16)$$

Avec

$Y_a$  le rendement de conversion pour la population nitritantes.

$Y_b$  le rendement de conversion pour la population nitratantes.

On peut réécrire les équations (3.12-3.16) sous la forme matricielle suivante [Dochain2] :

$$\dot{\xi} = \mathcal{K}\phi(\xi) - \mathcal{D}\xi + \mathcal{D}\xi_{in}.$$

$$\begin{bmatrix} \dot{X}_1 \\ \dot{X}_2 \\ \dot{S}_1 \\ \dot{S}_2 \\ \dot{S}_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 1 \\ -\frac{1}{Y_a} & 0 \\ \frac{1}{Y_a} & -\frac{1}{Y_b} \\ 0 & \frac{1}{Y_b} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varphi_1 \\ \varphi_2 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} -D & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & -D & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -D & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -D & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} X_1 \\ X_2 \\ S_1 \\ S_2 \\ S_3 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ DS_{1in} \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}. \quad (3.17)$$

Avec

$$\phi(\xi) = \begin{bmatrix} \mu_1(S_1)X_1 \\ \mu_2(S_2)X_2 \end{bmatrix} \quad (3.18)$$

avec :  $K$  la matrice contenant les coefficients de rendement(stoechiométriques),  $\phi(\xi)$  le vecteur des vitesses de réactions ( $[1/j]$ ),  $D$  taux de dilution,

### 3.2.2.1 Calcul des équilibres

Les équilibres du système (3.12-3.16) sont calculés en annulant les dérivées du membre gauche. Nous obtenons ainsi le système d'équations algébriques suivant :

$$0 = (\mu_1(S_1) - D)X_1 \quad (3.19)$$

$$0 = \frac{-(\mu_1(S_1))}{Y_a}X_1 + D(S_{in} - S_1) \quad (3.20)$$

$$0 = (\mu_2(S_2) - D)X_2 \quad (3.21)$$

$$0 = \frac{\mu_1(S_1)}{Y_a}X_1 - \frac{\mu_2(S_2)}{Y_b}X_2 - S_2D \quad (3.22)$$

$$0 = \frac{\mu_2(S_2)}{Y_b}X_2 - S_3D \quad (3.23)$$

les équilibres calculés sont note  $(S_1^*, X_1^*, S_2^*, X_2^*, S_3^*)$ .

Nous considérons donc quatre cas possible :

- **Cas 1** :  $X_1 = 0$  et  $X_2 = 0$  de (3.19-3.21) nous supposons que  $X_1^* = 0$  et  $X_2^* = 0$  nous les remplaçons dans (3.20),(3.22)et (3.23), nous obtenons respectivement  $S_1^* = S_{in}$ ,  $S_2^* = 0$  et  $S_3^* = 0$ .

C'est l'équilibre de lessivage  $E_0 = [0, S_{in}, 0, 0, 0]$  existe toujours

-**Cas 2** :  $X_1 = 0$  et  $X_2 \neq 0$  de (3.20) nous déduisons  $S_1^* = S_{in}$  si  $X_1^* = 0$ . de l'équation (3.21), nous avons  $\mu_2(S_2^*) = D$  et donc  $S_2^* = \mu_2^{-1}(D)$  remplaçons  $X_1^*$  et  $S_2^*$  dans (3.22) nous avons  $X_2^* = -y_b S_2^* < 0$  cet équilibre ne doit pas être considéré car il a une composante négative, ce qui n'est pas vrai et acceptable d'un point de vue biologiques.

-**Cas 3** :  $X_1 \neq 0$  et  $X_2 = 0$  de l'équation (3.19), on déduit  $\mu_1(S_1^*) = D$  et donc  $S_1^* = \mu_1^{-1}(D)$ . En remplaçons cette valeurs dont (3.20) on obtient  $X_1^* = y_a(S_{in} - S_1^*)$

Si  $X_2 = 0$  alors de (3.22), on déduit  $S_2^* = \frac{X_1^*}{y_a} = (S_{in} - S_1^*)$  de (3.23) on déduit  $S_3^* = 0$ .

C'est l'équilibre de lessivage de  $X_2$  et non pas de  $X_1$

$E_1 = [(y_a(S_{in} - S_1^*), \mu_1^{-1}(D), 0, (S_{in} - S_1^*), 0]$ . Cet équilibre existe si et seulement si  $S_1^* < S_{in}$

-**Cas 4** :  $X_1 \neq 0$  et  $X_2 \neq 0$  de (3.19-3.21), on déduit respectivement  $S_1^* = \mu_1^{-1}(D)$  et  $S_2^* = \mu_2^{-1}(D)$

de l'équation (3.20), on a  $X_1^* = y_a(S_{in} - S_1^*)$  et de (3.22), on déduit  $X_2^* = (\frac{X_1^*}{y_a} - S_1^*)y_b$   
 $X_2^* = y_b(S_{in} - S_1^* - S_2^*)$ . Finalement de (3.23) on a :  $S_3^* = \frac{X_2^*}{y_b}$ . C'est l'équilibre positif  
 $E_2 = [y_a(S_{in} - S_1^*), \mu_1^{-1}(D), y_b(S_{in} - S_1^* - S_2^*), \mu_1^{-1}(D), \frac{X_2^*}{y_b}]$ . Cet équilibre existe si et seulement  
si  $S_1^* < S_{in}$  et  $(S_1^* + S_2^*) < S_{in}$

Dans le tableaux (3.1), nous résumons ses équilibres Nous résumons les résultats par la suite :

TABLE 3.1 – les points d'équilibre

	$X_1^*$	$S_1^*$	$X_2^*$	$S_2^*$	$S_3^*$	condition d'existence de l'équilibre
E0	$S_{in}$	0	0	0	0	il existe toujours
E1	$y_a(S_{in} - S_1^*)$	$\mu_1^{-1}(D)$	0	$(S_{in} - S_1^*)$	0	$S_1^* < S_{in}$
E2	$(y_a(S_{in} - S_1^*))$	$\mu_1^{-1}(D)$	$y_b(S_{in} - S_1^* - S_2^*)$	$\mu_1^{-1}(D)$	$\frac{X_2^*}{y_b}$	$S_1^* < S_{in}$ et $S_1^* + S_2^* < S_{in}$

### 3.2.2.2 La stabilité des points équilibres

L'étude de la stabilité des points d'équilibres basé sur la linéarisation du système ou tours de son équilibre [Benyahia]. La matrice jacobienne du système est :

$$A = \begin{bmatrix} \mu_1(S_1) - D & \mu_1'(S_1) * X_1 & 0 & 0 & 0 \\ (-y_a\mu_1(S_1)) & (\frac{\mu_1'(S_1)}{y_a})X_1 - D & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \mu_2(S_2) - D & \mu_2'(S_2) * X_2 - D & 0 \\ \frac{\mu_1}{y_a} & (\frac{\mu_1'(S_1)}{y_a})X_1 & \frac{\mu_2}{y_b} & (\frac{\mu_2'(S_2)}{y_b})X_2 - D & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\mu_2}{y_2} & (\frac{\mu_2'(S_2)}{y_B})X_2 & -D \end{bmatrix} \quad (3.24)$$

Avec  $\mu_1' = \frac{\mu_{max1}K_1}{(S_1+K_1)^2}$ ,  $\mu_2' = \frac{\mu_{max2}K_2}{(S_2+K_2)^2}$ .

Afin de étudier la stabilité du système, nous utiliseront la condition de la stabilité comme suit  
*Condition de stabilité* : Un système  $\dot{X} = AX$  qui admet comme point d'équilibre  $X^*$  est stable si les valeurs propres de A sont de partie réelles négative. La stabilité des points d'équilibres dépend des positions relatives à  $S_{in}$  et  $D$ . **Autour de E<sub>0</sub>**

to

$$A_1 = \begin{bmatrix} \mu_1(S_{in}) - D & 0 & 0 & 0 & 0 \\ (-y_a\mu_1(S_{in})) & -D & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -D & 0 & 0 \\ \frac{\mu_1(S_{in})}{y_a} & 0 & 0 & -D & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -D \end{bmatrix} \quad (3.25)$$

Après le calcul de  $\det(\lambda I - A_1)$  toutes les valeurs propres sont avec partie réelle négative si  $D > \mu_1(S_{in})$ , donc  $E_0$  est stable si  $D > \mu_1(S_{in})$ .

**Autour de  $E_1$**

$$to \quad A_2 = \begin{bmatrix} \mu_1(S_1^*) - D & \mu_1'(S_1^*) * X_1^* & 0 & 0 & 0 \\ (-y_a \mu_1(S_1^*)) & (\frac{\mu_1'(S_1^*)}{y_a}) X_1^* - D & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \mu_2(S_2^*) - D & \mu_2'(S_2^*) * X_2^* - D & 0 \\ \frac{\mu_1(S_1^*)}{y_a} & (\frac{\mu_1'(S_1^*)}{y_a}) X_1^* & \frac{\mu_2(S_2^*)}{y_b} & (\frac{\mu_2'(S_2^*)}{y_b}) X_2^* - D & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\mu_2}{y_b} & (\frac{\mu_1(S_1^*)}{y_b}) X_2^* & -D \end{bmatrix} \quad (3.26)$$

On calcule le  $\det$  de  $(\lambda I - A_2)$  il y a une valeur propre de partie réelle positif donc il est instable.

**Autour de  $E_2$**

$$to \quad A_3 = \begin{bmatrix} \mu_1(S_1^*) - D & \mu_1'(S_1^*) * X_1^* & 0 & 0 & 0 \\ (-y_a \mu_1(S_1^*)) & (\frac{\mu_1'(S_1^*)}{y_a}) X_1^* - D & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \mu_2 - D & \mu_2'(S_2^*) * X_2^* - D & 0 \\ \frac{\mu_1}{y_a} & (\frac{\mu_1'(S_1^*)}{y_a}) X_1^* & \frac{\mu_2}{y_b} & (\frac{\mu_2'(S_2^*)}{y_b}) X_2^* - D & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\mu_2}{y_b} & (\frac{\mu_1(S_1^*)}{y_b}) X_2^* & -D \end{bmatrix} \quad (3.27)$$

En calcule  $\det$  de  $(\lambda I - A_3)$  il est stable.

### 3.3 Identification des systèmes

Identification d'un modèle est basé sur l'identifiabilité pratique et sont complémentaire l'identifiabilité structurelle. Un système est pratiquement identifié si on trouve le même vecteur des paramètres à partir de plusieurs jeux des données.

#### 3.3.1 Identifiabilité structurelle

Lors de la modélisation d'un phénomène, il est important de savoir si le modèle est bien défini, c'est à dire si à partir d'un comportement entrée-sortie, il est possible d'estimer les paramètres à un ensemble admissible de façon unique, ce que l'on appelle *identifiabilité globale* soit un nombre fini de vecteurs de paramètres indépendamment, on parle alors *identifiabilité locale*. Cette démarche est importante car elle permet de rejeter ou conserver un modèle c'est la recherche d'identifiabilité paramétrique. Pour vérifier cette propriété. On se place dans le cadre idéal où les données sont non bruitées et où les entrées peuvent être choisies librement [Dochain][Éric Walter]. Considérons un processus décrit par un modèle  $M(p)$  dont on souhaite estimer les paramètres idéaux  $p^*$ . Dans ces conditions, il est toujours possible de trouver un vecteur de paramètres  $\hat{p}$  il suffit de prendre ( $\hat{p} = p^*$ ) de sorte que.

$$M(\hat{p}) = M(p^*) \rightarrow \hat{p} = p^* \quad (3.28)$$

### 3.3.2 Identification pratique

L'identifiabilité pratique et complémentaire à l'identifiabilité structurelle. C'est à dire, on étudie à l'impact des données expérimentales disponibles (on ne considère plus des mesures idéales) sur les paramètres du modèle. On peut noter qu'il y a des modèles structurellement identifiables, mais dans la pratique, sont non identifiables, c'est à cause de la pauvreté de qualité des données expérimentales disponibles. Aussi, les algorithmes utilisés peuvent avoir de mauvaises propriétés de convergence et donc, ils risquent de nous fournir différents jeux de paramètres. Afin de réussir ou d'optimiser un processus d'identification, nous avons une procédure d'identification à suivre comme le montre la figure(3.1).

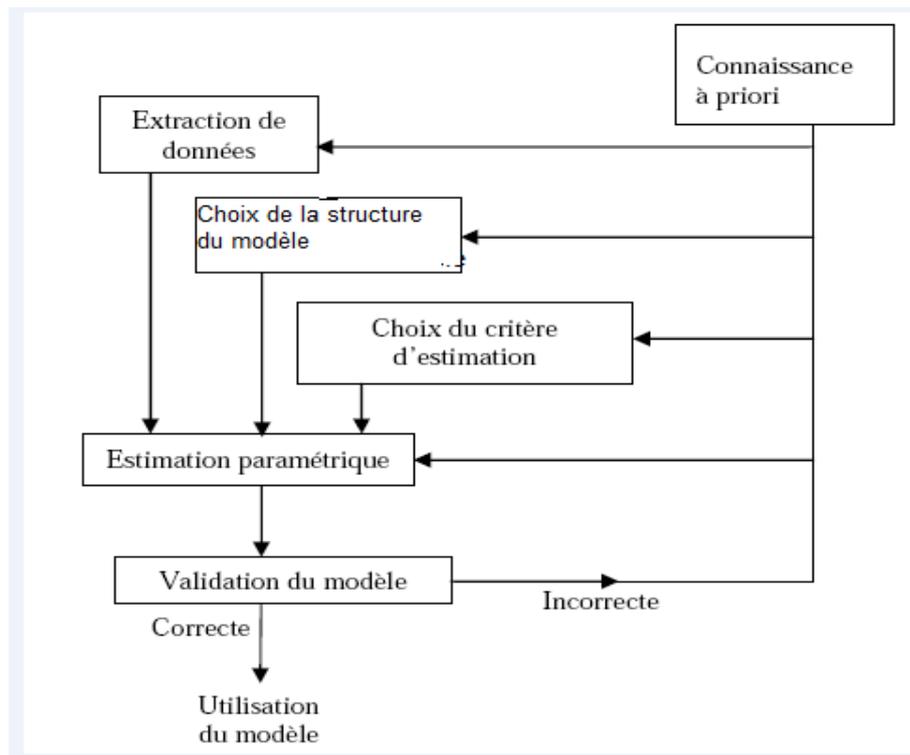


FIGURE 3.1 – procédure d'identification d'un système

Tout d'abord, nous devons avoir une certaine connaissance a priori sur le système à identifier, suivie par les étapes :

Le développement de modèles se compose principalement de 5 étapes qui sont :

- La réalisation de tests expérimentaux (extraction des données) : durant cette étape des mesures sont effectuées sur des grandeurs variables sensées caractériser le système. Elles peuvent être des variables externes qui agissent sur le système, ou des variables internes qui traduisent l'état du système.
- La formulation d'un modèle basé sur les connaissances physiques et sur les résultats expérimentaux obtenus il s'agit de définir une relation entre les entrées et les sorties .
- Choix du critère d'estimation paramétrique : c'est le choix de l'algorithme pour identifier les paramètres en fonction de la structure du modèle choisi.

- L'optimisation des valeurs des paramètres afin de le valider sur les données expérimentales retrouver les résultats expérimentaux il s'agit alors de trouver les valeurs permettant la satisfaction d'un critère d'optimisation la fonction objective identification paramétrique).
- Validation du modèle : pendant cette étape le modèle est confronté et testé avec d'autres jeux de données différentes à celles utilisées pour l'identification.

### 3.4 Estimation des paramètres d'un modèle

En effet, parmi tous les modèles possibles, on recherche toujours celui qui possède le plus petit nombre de coefficients ajustables ou paramètres à estimer. A cet égard, il est important de distinguer les modèles linéaires par rapport aux paramètres et les modèles non linéaires par rapport aux paramètres. Pour l'identification des systèmes continus la méthode à erreur de sortie

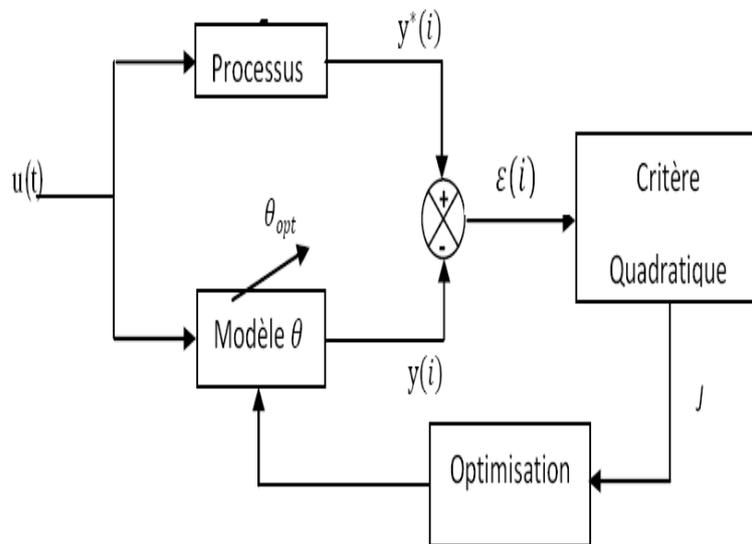


FIGURE 3.2 – Principe d'identification fondé sur l'erreur de sortie

est basée sur la comparaison de la sortie d'un processus et celle de son modèle mathématique dont on cherche à évaluer ces paramètres. Le principe de la méthode est schématisé par la figure (3.2).

#### 3.4.1 Cas des modèles linéaires par rapport aux paramètres

Une fonction paramétrée est linéaire par rapport aux paramètres si elle est de la forme :

$$\mathbf{F}(\mathbf{x}) = \sum_{i=1}^N \theta_i \phi_i(x) \quad (3.29)$$

où les  $\phi_i(x)$  sont des fonctions non paramétrées d'une ou de plusieurs variables groupées dans le vecteur  $\mathbf{X}$ , et les  $\theta_i$  sont les paramètres à estimer. Dans le cas où le modèle est linéaire par rapport aux paramètres, l'estimation du vecteur des paramètres  $\theta$ , peut se faire de la l'aide la

méthode des moindres carrés, la méthodes des moindres carrés introduite par Gauss au début du XIX ème siècle, Elle consiste à minimiser la somme des carrés entre les sorties réelles et les sorties obtenues par le modèles.

$$\epsilon = y^* - y \quad (3.30)$$

$$J(\theta) = \sum_{i=1}^N \epsilon^2 = (y * -y)^2 \quad (3.31)$$

Avec J s'appelle le critère de minimisation. On peut définir autrement J, dite aussi la fonction de coût des moindres carrés  $J(\theta)$  par :

$$J(\theta) = \frac{1}{2}(Y^t Y \pm 2\theta^t X^t Y + \theta^t X^t \theta) \quad (3.32)$$

Le minimum de  $J(\theta)$  est obtenu pour les valeurs du vecteur des paramètres qui satisfaisant la dérivée. Soit  $\theta_i$  valeur du vecteur des paramètres vérifie :

$$\frac{\delta(J(\theta))}{\delta\theta} |_{\theta_i} = 0 \quad (3.33)$$

### 3.4.2 Cas des modèles non linéaires par rapport aux paramètres

Dans le présent travail, nous utiliserons essentiellement des fonctions non linéaires par rapport aux paramètres, qui sont de la forme :

$$\mathbf{F}(\mathbf{x}) = \sum_{i=1}^N \theta_i \phi_i(x, \varphi_i) \quad (3.34)$$

Ou  $\varphi_i$  est un vecteur de paramètres de la fonction  $\phi_i$ . Ainsi, la fonction réalisée est non linéaire par rapport aux paramètres. En cherche une écriture de façon à mettre les paramètres qui provoque la non linéaires de notre modèle dans un vecteur  $\varphi_i$ , et les paramétrés linéaire dans le vecteur  $\theta_i$  L'étape d'estimation paramétrique est basée sur des méthodes d'optimisation. Dans ce qui suit, présenterons quelques méthodes utilisées les principes d'optimisation. Comme  $F(t)$  n'est pas linéaire en  $\theta_i$ , l'estimation s'effectue par des méthodes de programmation non linéaires. comme la méthode de l'identification des paramètres du modèle par d'optimisation non linéaire peuvent être utilisées Gradient, de Gauss-Newton et de Levenberg-Marquardt. Elles se basent sur les dérivées de la fonction objective par rapport à chacun des paramètres. L'idée de base de ces méthodes dites du gradient est que une direction de recherche du minimum est recherchée dans l'espace des paramètres. Une fois cette direction choisie l'algorithme choisit l'amplitude avec laquelle les valeurs des paramètres sont modifiées[Dochain] .

### 3.4.3 Méthodes d'optimisation non linéaires

Une attention particulière est portée ici à la méthode de Newton, qui est considérée comme performante et rapide. Elle s'inscrit dans les méthodes dites de gradient, faisant elles-mêmes partie d'une classe plus large de méthodes numériques appelées méthodes de descente. Voici rapidement l'idée directrice de ces méthodes [Éric Walter]. On veut minimiser une fonction  $f$ . Pour cela on se donne un point de départ arbitraire  $x_0$ , pour construire le point suivant  $x_1$  et il faut penser qu'on veut se rapprocher du minimum de la fonction  $f$ . C'est-à-dire que l'on souhaite avoir  $f(x_1) < f(x_0)$ . Le schéma générale d'une méthode de descente est le suivant :

$$f(x_1) = f(x_0) + p_k d_k \quad (3.35)$$

Avec  $d_k$  est la direction de descente et  $p_k$  est le pas. Où  $d_1$  est un vecteur non nul et  $p_1$  un réel strictement positif.

En pratique, donc on cherche  $d_k$  et  $p_k$  de telle sorte que  $f(x_1) < f(x_0)$ . On peut choisir une approximation de  $d_k = -\nabla f(x)$ . Nous obtenons donc l'approche itérative fondamentale suivante, qui se retrouve partout et sous toutes sortes de formes :

- 1) trouver un point initial
- 2) trouver une direction de descente
- 3) trouver une longueur de pas
- 4) mettre à jour le point actuel
- recommencer en 2

#### 3.4.3.1 Méthode de Newton

La méthode de Newton n'est pas une méthode d'optimisation à proprement parler. C'est en réalité une méthode utilisée pour la résolution d'équations ou de système d'équations non linéaires du type  $f(x) = 0$ . Son idée principale est de remplacer une équation non linéaire compliquée à résoudre par une équation linéaire. Appliquée dans le contexte de l'optimisation, elle vise à résoudre des problèmes du type  $\nabla f(x) = 0$  et le modèle n'est plus linéaire mais quadratique. la formule principale de la méthode de Newton

$$f(x_{k+1}) = f(x_k) - [\nabla^2 f(x_k)^{-1}] \nabla f(x_k) \quad (3.36)$$

Avec  $\nabla^2 f(x_0)$  c'est la matrice de hessien.

Alors si  $x_0$  est loin de minimum le coût de cette méthode est grand à chaque itération nous devons construire et garder en mémoire la matrice hessienne. Il est bien connu que la méthode de Newton est localement convergente, si le point initial soit choisi assez proche de la solution (inconnue), et que le hessien ne soit pas singulier. Elle possède toute fois des défauts assez graves :

- la convergence n'est pas globale
- l'algorithme n'est pas défini aux points où le hessien est singulier
- il faut calculer le hessien à chaque itération

Tous ces défauts sont corrigés par les méthodes de Gauss-Newton.

### 3.4.3.2 Méthode de Gauss-Newton

La méthode de Gauss-Newton est typiquement la même procédure que la méthode de Newton, sauf que les termes d'ordre deux sont dominés par les termes d'ordre un. L'idée de la méthode est à partir d'une valeur initiale  $\theta_0$  des paramètres, et de modifier itérativement la valeur de  $\theta$  avec la direction de descente  $d_\theta$  de façon à minimiser le critère d'erreur quadratique cumulée  $\zeta$  à chaque étape [Bonnet][J.Groffaud]. Initialement le modèle prend les valeurs :

$$f(t, \theta_0) = \begin{bmatrix} f(t_1, \theta_0) \\ f(t_2, \theta_0) \\ f(t_3, \theta_0) \\ f(t_4, \theta_0) \\ \vdots \\ f(t_n, \theta_0) \end{bmatrix}. \quad (3.37)$$

L'erreur entre le modèle et les mesures est

$$\epsilon = Y - f(t, \theta_0) \quad (3.38)$$

Avec  $\theta_0$  c'est le vecteur des paramètres à identifier et  $y$  constitue le vecteur des données expérimentales. L'erreur entre la sortie du modèle et les données disponibles c'est  $\epsilon$ .

L'erreur quadratique cumulée est :

$$\zeta = \sum_{i=1}^N \epsilon^2 = (Y - f(t, \theta_0))^2 \quad (3.39)$$

Donc on cherche à minimiser l'erreur quadratique cumulée  $\zeta$ .

Pour  $\theta_1$  le modèle prend les valeurs  $f(t, \theta_0 + d_\theta)$  et l'erreur  $\zeta(\theta_0 + d_\theta)$  pour obtenir le minimum de l'erreur il faut choisir  $d_\theta$  de sorte que  $\frac{\delta \zeta(\theta_0 + d_\theta)}{\delta d_\theta} = 0$ .

Le développement de Taylor du 1<sup>er</sup> ordre du modèle permet d'approximer la nouvelle valeur du modèle à chaque instant

$$f(t, \theta_0 + d_\theta) = f(t, \theta_0) + J(\theta_0)d_\theta \quad (3.40)$$

Avec  $J(\theta_0)$  c'est la matrice jacobienne de  $f$  par rapport aux paramètres. La direction de descente  $d_\theta$  qui permet de minimiser l'erreur

$$d_\theta = -[J(\theta_0)^T \cdot J(\theta_0)]^{-1} \cdot J(\theta_0)^T \quad (3.41)$$

Si on a trouvé la valeur de  $d_\theta$  on peut calculer  $\theta_1$  et les nouvelles valeurs du modèle  $f(t, \theta_1)$  de même façon on calcule  $\theta_2$  jusqu'à ce qu'on se trouve les paramètres du modèle qui permettent de minimiser l'erreur.

La matrice  $J(x)^t J(x)$  est une bonne approximation de  $\nabla^2 f(x)$  comme il est montré si on compare la direction de descente de la méthode Newton équation (3.36) avec la direction de descente de la méthode Gauss-Newton équation (3.41) ce qui présente un avantage par rapport à la méthode de Newton puisque on n'a pas besoin de calculer  $\nabla^2 f(x)$  à chaque fois. De plus, la matrice  $J(x)^t J(x)$  est inversible dès que le rang de  $J(x)$  est  $n$  et elle est symétrique, définie strictement

positive.

Dans le présent travail, nous utiliserons la méthode Gauss-Newton s'avère particulièrement efficace par ce que on se trouve ou voisinage du minimum. Le choies de condition initial est basé sur la recherche biographie comme il est indiquée dans les tableaux (2.2), (2.3) et (2.4).

## 3.5 Application au système de nitrification

Afin de procéder à l'identification des paramètres du modèle, il est nécessaire d'utiliser des données expérimentales. Nous avons utilisé des données expérimentales de démarrage du bioréacteur aérobie de l'INRA de Narbonne.

### 3.5.1 Utilisation des données expérimentales

Pour identifier les paramètres du modèle de nitrification (3.12-3.16), nous avons utilisé des données du LBE. Elles ont été collectées à partir d'une expérience d'un processus de nitrification. Les mesures disponibles sont  $S1$ ,  $S2$ ,  $S3$  et la concentration totale de bactéries  $X_{total}$ . Les figures suivantes (3.3) reprisent les donné expérimentale pour 250 jours des variables du modèle. Ces donnée sont divisées en deux la moitié pour l'identification et le reste pour la validation du modèle.

### 3.5.2 Identification des paramètres du modèle

Le modèle du réacteur explicité par les équation (3.12-3.16) englobé 6 paramètres à identifier  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $\mu_{max1}$ ,  $\mu_{max2}$ ,  $Y_a$ ,  $Y_b$ . Remarquons que notre modèle de nitrification (3.12-3.16) est non linéaire en paramètres, les non-linéarités du système. C'est due par rapport au terme  $\frac{\mu_{max1}}{Y_a}$  et  $\frac{\mu_{max2}}{Y_b}$ . Si en revient à l'écriture matricielle de modèle en vois que le 6 paramètres ne sont pas dans le même vecteur donc on trouve l'écriture 3.34 qu'elle est pour les modèle non linéaire. La méthode que nous utilisons pour l'identification est celle de Gauss-Newton elle consiste à déterminer les paramètres qui optimisent le critère mettant en évidence la comparaison entre les simulation du modèle et les mesures expérimentales. Il reste a choisir les conditions initial pour assurer la convergence, c'est à partie des tableau (2-3) et (2.4).

Tout ça est fait sous un développement des fichiers Matlab qui utilisent la fonction *fmincon* de la toolbox d'optimisation de Matlab. Cette fonction permet de faire de l'optimisation multi variables d'une fonction objective scalaire sous des contraintes non linéaires. Pour mieux comprendre le principe de notre procédure de calcul, sur les fichiers Matlab nous schématison la structure des fichiers Matlab comme suit (3.4).

- Le programme optimXréé : il chargera les donnée expérimental avec l'utilisation la fonction *fmincon*.
- Le programme Calculée erreur

Il va charger les données expérimentales et calculer le critère de *fmincon* de façon a minimise l'erreur entre les données expérimentales et les données de simulation, jusqu'à ce qu'il trouve le vecteur des paramètres, et en suite appelé le programme *macroX* par ode45 .

- Le programme macroX

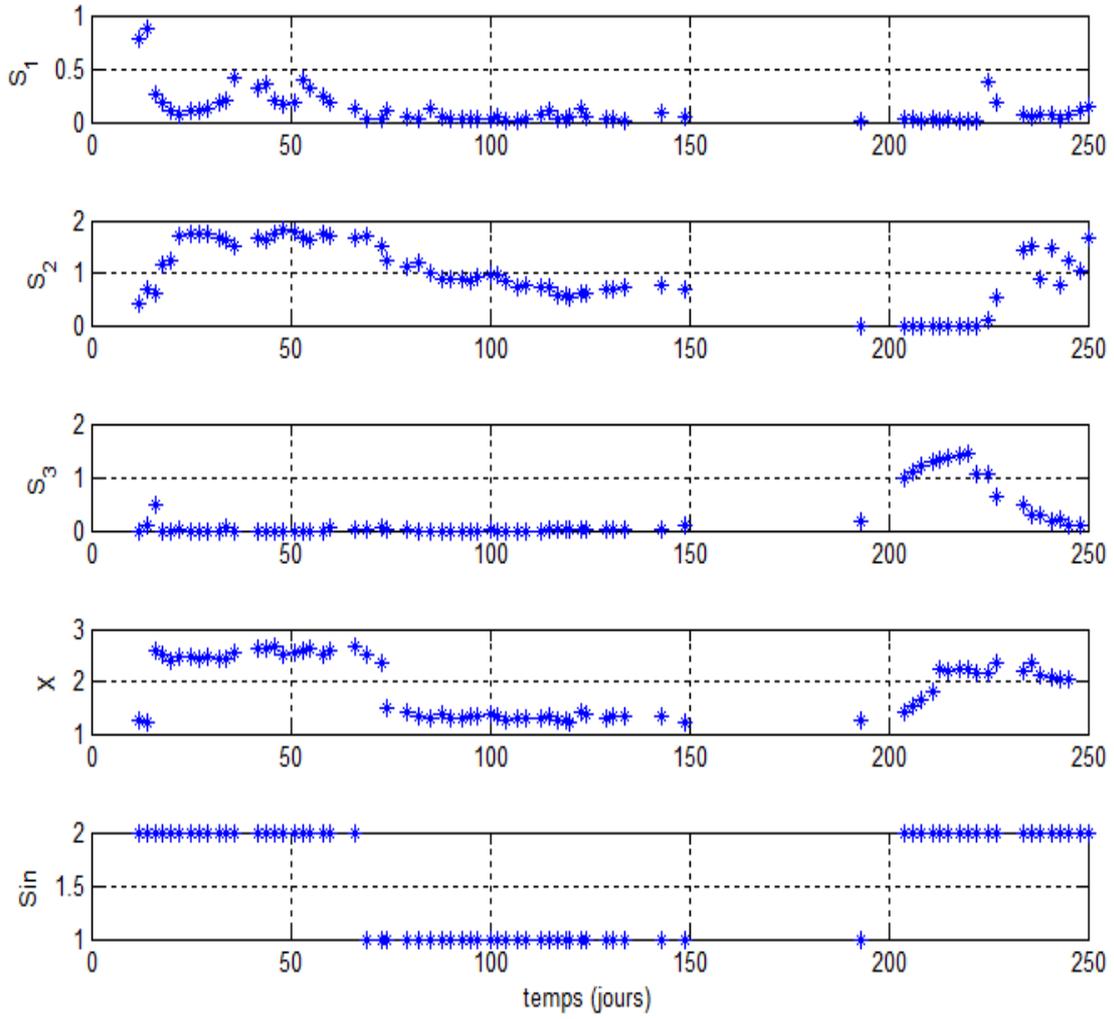


FIGURE 3.3 – Les donn e exp erimentale des concentrations des variables

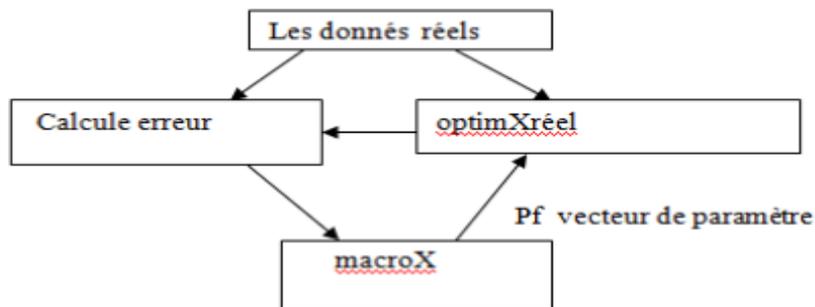


FIGURE 3.4 – La structure des fichiers Matlab pour l'optimisation

Pour afficher les  quations diff erentielles du mod le de processus.

### 3.5.3 Résultats d'identification

Après plusieurs essais d'identification, nous présenterons ici les meilleurs résultats d'identification obtenus. Les valeurs des paramètres du modèle sont récapitulées dans le tableau.

TABLE 3.2 – Valeurs des paramètres estimés

Paramètres	Valeur	
$\mu_{(max1)}$	1.3100	$j^{-1}$
$\mu_{(max2)}$	0.0801	$j^{-1}$
$K_{s1}$	1.0050	$g.l^{-1}$
$K_{s2}$	0.9000	$g.l^{-1}$
$Y_a$	1.3000	
$Y_b$	0.0700	

Sur les figures (3.5), nous présentons également les réponses dynamiques du système avec les valeurs optimisées des paramètres. Les variables simulées sont représentées en bleu et les valeurs réelles en rouge. Les figures permettent de comparer les valeurs des concentrations de la biomasse autotrophes, d'ammonium, de nitrite et de nitrât calculées à partir du modèle et celles mesurées expérimentalement. Les résultats obtenus montrent une bonne adéquation entre les allures du réel et du simulé.

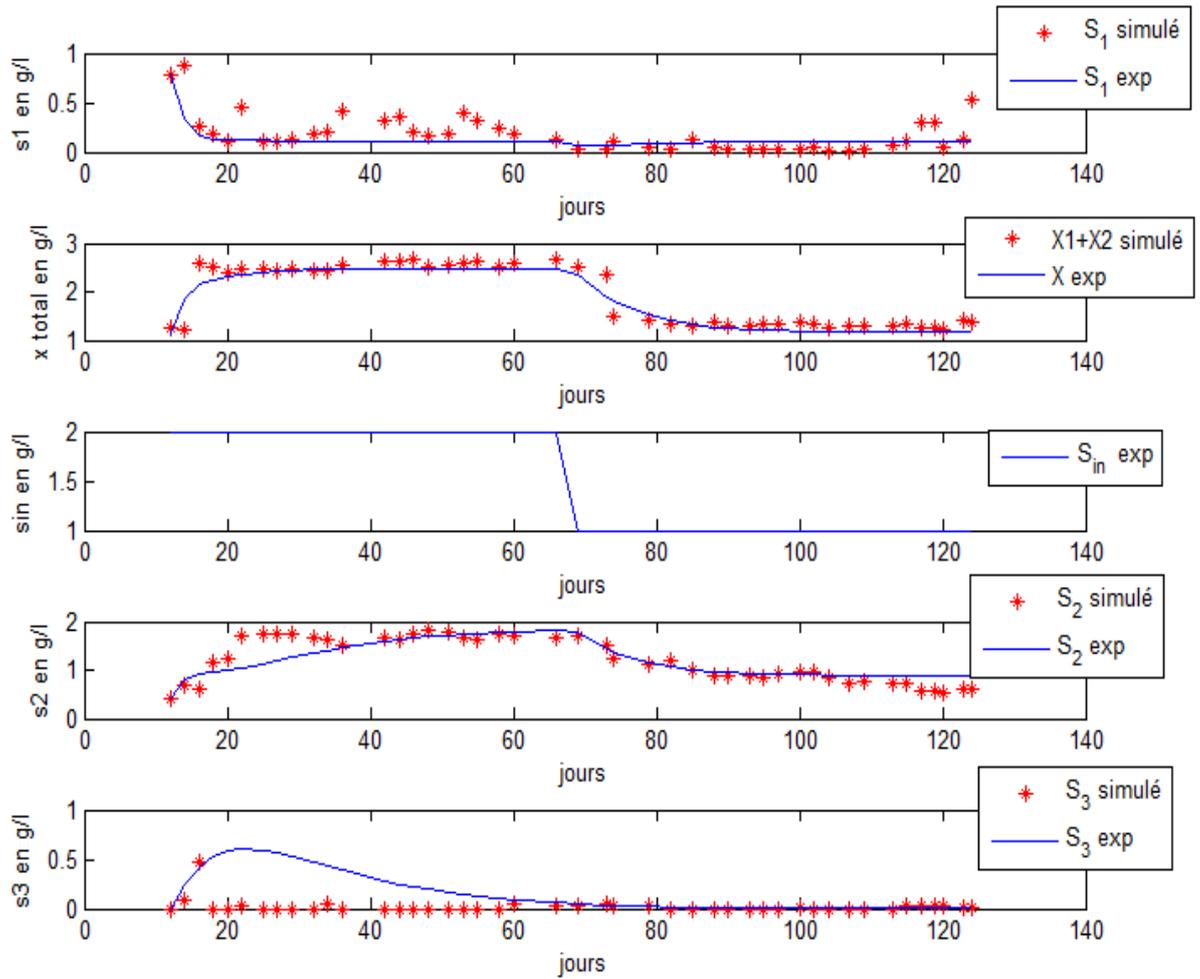


FIGURE 3.5 – L'identification des paramètres

Sur ces figures, nous remarquons qu'en générale, la validation du modèle est assez acceptable. Toutes les grandeurs simulées suivent les grandeurs mesurées au mieux. C'est le cas, pour  $S_1$ ,  $X$  et  $S_2$ . Pour  $S_3$ , nous remarquons qu'il y a une erreur considérable au début, puis le simulé s'aligne avec le réel. Ceci peut être expliqué par le fait qu'il y avait au début quelques données dispersées par rapport à l'ensemble du reste de données.

### 3.5.4 Validation du modèle de croissance

Le modèle identifié doit être désormais validé sur des jeux de données expérimentales différentes de celles utilisées pour l'identification. Cette phase de validation est essentielle, car elle permet de garantir l'efficacité du modèle pour la prédiction de l'évolution des variables du système dans le bioréacteur. Cette validation repose sur la comparaison entre les résultats simulés à partir du modèle obtenu précédemment et les mesures expérimentales collectées.

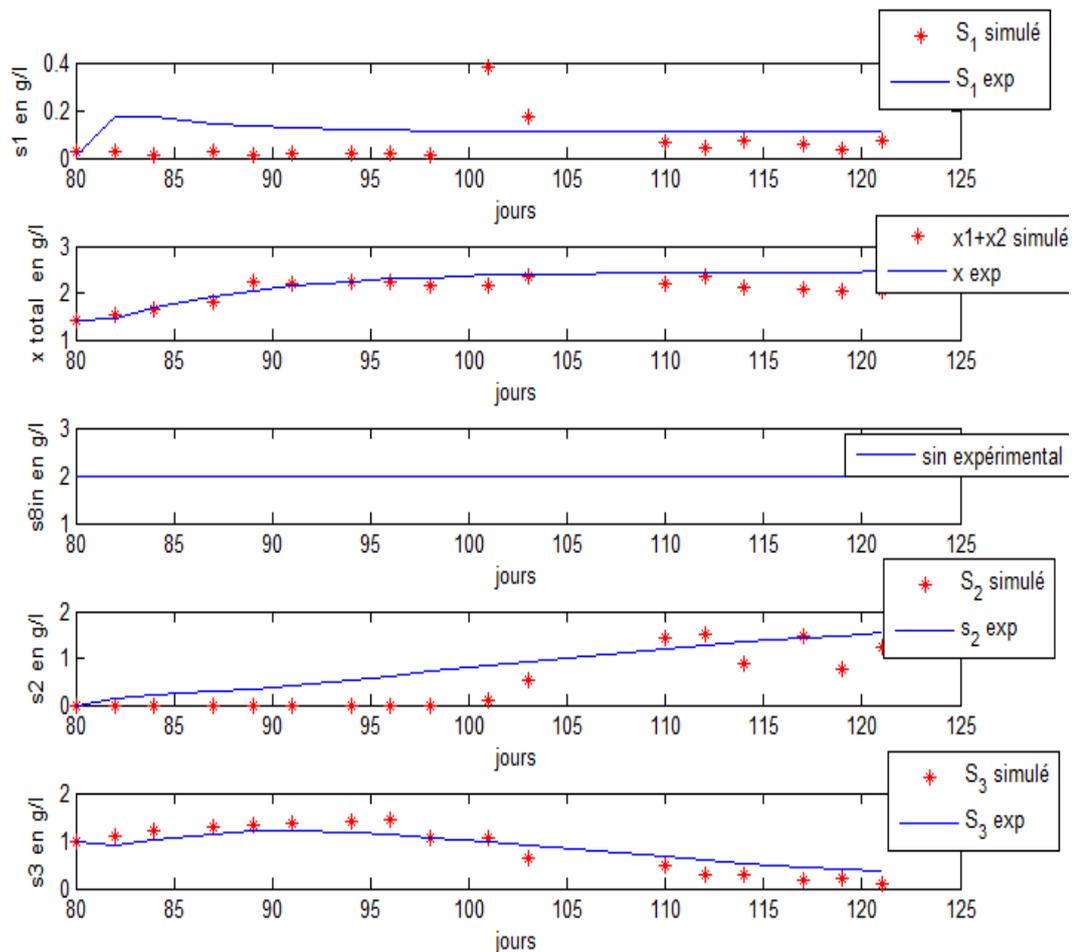


FIGURE 3.6 – La validation de modèle

Nous remarquons sur les figures que les résultats de validation, sont satisfaisants et confirment les résultats précédemment obtenus par l'identification. Nous pouvons donc valider les paramètres identifiés d'une part, et confirmer l'adéquation du modèle paramétrique choisi durant cette étude, d'autre part. De même, cette modélisation permet de reproduire l'évolution des variables d'état du système étudié.

## **3.6 conclusion**

L'identification et la validation du modèle représente une étape fondamentale pour le développement d'un observateur des états non mesurés et la mise en place d'une stratégie de commande robuste vis-à-vis des incertitudes de modélisation. Le chapitre suivant va permettre d'exploiter ce modèle d'évolution comme outil dans la synthèse d'observateurs pour estimer la concentration de biomasse à partir des mesures disponibles.



## Chapitre 4

# Observateurs et estimateurs pour le modèle de nitrification

### 4.1 Introduction

Après la validation du modèle de nitrification, la principale difficulté de la commande de procédés biologiques réside dans l'insuffisance de capteurs physiques capables de mesurer, en ligne, les différentes variables décrivant la dynamique du système dans le bioréacteur. Par exemple, la concentration de la biomasse, est difficilement mesurable en temps réel. En effet, très peu de capteurs physiques sont disponibles pour les bioréacteurs capables de suivre, en temps réel la densité cellulaire à l'intérieur d'un bioréacteur. Ceci est dû à leurs coûts élevés ou à la non disponibilité technologique ils présentent des limitations d'utilisation relatives à leur coût élevé. Il est donc bien utile de remplacer un certain nombre de capteurs matériels par des capteurs logiciels. Ces derniers reconstruisent en temps continu les certaines grandeurs non mesurées sur la base d'un modèle mathématique de système (bioprocédé) et de certaines mesures matérielles.

### 4.2 Observation des bioprocédés

L'activité biologique à l'intérieur des bioréacteurs est détectée grâce au suivi de l'évolution de certaines variables indicatrices, tel que le  $pH$ , le gaz produit, le substrat et la biomasse. Néanmoins, tous ces indicateurs ne sont pas toujours accessibles. En effet, actuellement il existe encore peu de capteurs à prix abordable pour mesurer certaines variables biologiques comme la biomasse. Par ailleurs, d'autres variables tel que le substrat peuvent demander beaucoup de temps pour être mesurées. Dans ce cas il est intéressant de utilisé des capteurs logiciel ou observateur d'état, c'est-à-dire une estimation en ligne en utilisant les connaissances (via le modèle) et les mesures en ligne disponibles sur le procédé. Sur la figure 4.1, nous représentons le principe de fonctionnement d'un observateur d'état, qui a comme entrée la commande et les mesures du système réel et comme sortie l'estimation des grandeurs manquantes.

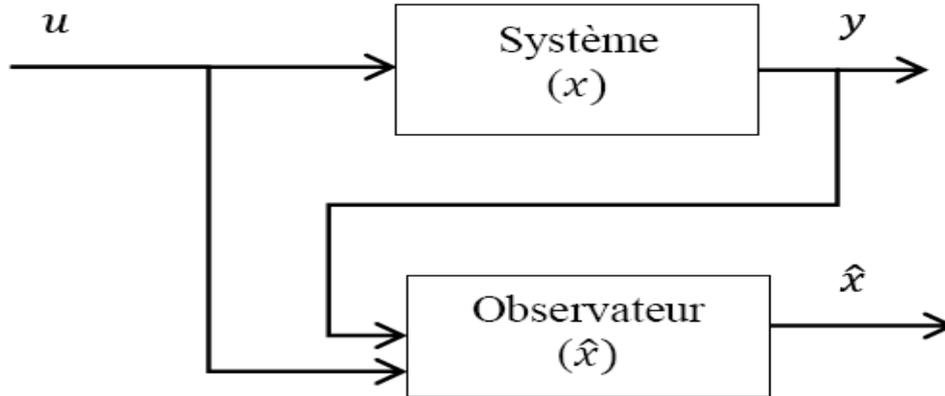


FIGURE 4.1 – Principe d'un observateur

### 4.3 La synthèse d'observateurs non linéaires

Soit un système non linéaire décrit par le modèle :

$$\begin{aligned}\dot{x}(t) &= f(x(t), u(t)) \\ y(t) &= h(x(t))\end{aligned}\tag{4.1}$$

Avec  $X \in \mathbb{R}^n$ ,  $y \in \mathbb{R}^p$ ,  $U \in \mathbb{R}^m$

La dynamique d'un observateur d'état peut être représentée d'une façon générale par :

$$\begin{aligned}\dot{Z}(t) &= \hat{f}(Z(t), u(t), y(t)) \\ \hat{X} &= \hat{h}(Z(t), u(t), y(t))\end{aligned}\tag{4.2}$$

Avec  $Z$  désigne l'état de l'observateur,  $u$  est l'entrée du système,  $y$  est la sortie mesurée,  $\hat{f}$  est la dynamique de l'observateur et  $\hat{h}$  relie  $z$  à  $\hat{X}$ , la variables estimée du système. Un observateur doit avoir la propriété de convergence a la propriété que l'observation converge asymptotiquement vers le zéro [Olivier].

C'est-à-dire, on doit avoir :

$$\lim_{t \rightarrow \infty} \|\hat{x}(t) - x(t)\| = 0\tag{4.3}$$

Bien souvent, la forme de l'observateur se résume à une copie de la dynamique du système, à laquelle est ajoutée un terme de correction basé sur l'écart entre la sortie mesurée, et la sortie estimée du système [Olivier].

La dynamique du système :

$$\begin{aligned}\dot{x}(t) &= f(x(t), u(t)) \\ y(t) &= h(x(t))\end{aligned}\tag{4.4}$$

La dynamique de l'observateur

$$\dot{\hat{x}} = f(\hat{x}(t), u(t)) + k[h(\hat{x}(t)) - y(t)]\tag{4.5}$$

Avec  $K$  représente le gain de l'observateur à régler afin d'assurer la convergence de l'erreur vers 0

## 4.4 Observabilité

Dans ce paragraphe, les notions d'observabilité des systèmes linéaires et non linéaires sont rappelées. Dans le cas linéaire, la condition d'observabilité est indépendante de l'entrée, et elle est également suffisante pour garantir l'existence d'un observateur à vitesse de convergence exponentielle et arbitrairement rapide. Pour les systèmes non linéaires, l'observabilité et la synthèse dépendent des entrées.

### 4.4.1 Observabilité des systèmes linéaires

$$\begin{aligned} \dot{x} &= Ax(t) + B(u(t)) \\ y(t) &= Cx(t) \end{aligned} \quad (4.6)$$

Où les vecteur  $x(t) \in \mathbb{R}^n$ ,  $u(t) \in \mathbb{R}^m$  et  $y(t) \in \mathbb{R}^p$ , représentent respectivement l'état, la commande et la sortie du système. Les matrices  $A, B$  et  $C$  sont des matrices constantes de dimensions appropriées. L'observabilité du système linéaire 4.6 est garantie si et seulement si :

$$\text{rang}(O) = \text{rang} \begin{bmatrix} C \\ CA \\ CA^2 \\ CA^3 \\ \vdots \\ CA^{n-1} \end{bmatrix} = n. \quad (4.7)$$

Avec  $O$  s'appelle la matrice d'observabilité du système. Si le rang de la matrice d'observabilité  $O$  est égal à la dimension  $N$  de ce système. Dans le cas où le rang de la matrice est inférieur à  $n$  on parle alors, d'observabilité partielle. Dans le cas linéaire, on utilise l'observateur de Luenberger pour les systèmes déterministes et le filtre de Kalman pour les systèmes stochastiques.

### 4.4.2 Observabilité des systèmes non linéaires

Considérons maintenant un système non linéaire décrit par le modèle :

$$\begin{aligned} \dot{x} &= f(x) + g(x)u \\ y &= h(x) \end{aligned} \quad (4.8)$$

Où les vecteur  $x(t) \in \mathbb{R}^n$ ,  $u(t) \in \mathbb{R}^m$  et  $h(t) \in \mathbb{R}^p$  sont représentent respectivement l'état, la commande et la sortie du système.

#### *Distinguabilité*

Deux état initiaux  $x_1, x_2 \in X$  tel que  $x_1 \neq x_2$  sont dits distinguables dans  $X$

Si  $\exists t \geq 0$  et entrée admissible  $u : [0, t] \rightarrow U$  telle que les trajectoires des sortie  $y(t, x_1, u(t))$  et  $y(t, x_2, u(t))$  issues respectivement de  $x_1$  et  $x_2$ . restent dans  $X$  pendant la durée  $[0, t]$  et vérifient

$y(t, x_1, u(t)) \neq y(t, x_2, u(t))$ . Dans ce cas on dira que  $u$  distingue  $x_1, x_2 \in X$ . Un système est globalement observable si il est distinguables en tout point de  $X$ .

L'observabilité des systèmes non linéaires est testée par le critère suivant :

$$\text{Rang} \left\{ \frac{dh}{dx}, \frac{dL_f h}{dx}, \dots, \frac{dL_f^{n-1} h}{dx} \right\}^T = n$$

Où  $dL_f^{n-1} h$  est la dérivée de Lie de  $h(x)$  le long de la trajectoire de  $f$ , donnée par :

$$L_f h = \left\{ f_1(x) * \frac{dh}{dx_1}, f_2(x) * \frac{dh}{dx_2}, \dots, f_n(x) * \frac{dh}{dx_n} \right\} \quad (4.9)$$

Avec  $f$  c'est les fonctions,  $h$  c'est la sortie.

#### 4.4.3 Observabilité du système de nitrification à partir de ses sorties

Considérons les sorties  $y(\xi) = s_1$  pour vérifier l'observabilité du système en se basant sur la méthode des dérivées de Lie. A l'aide de Maple, on a pu vérifier que la matrice  $[h, L_f h \dots L_f^4 h]$  est de rang plein ( $N=5$ ) ce qui assure que notre système est observable et même pour les sorties  $y(\xi) = s_2$  et  $y(\xi) = s_3$  c'est toujours observable donc le système est toujours observable (voir annexe).

### 4.5 Observateur asymptotique

Cette classe représente les observateurs dit en boucle ouverte, qui utilisent une partie de la connaissance du modèle pour l'estimation de l'état non mesuré, remplaçant la partie non connue par les mesures disponibles en temps réel. De ce fait, la structure de l'observateur asymptotique ne présente pas de terme correctif entre l'estimation et la mesure. Dans le cas de bioprocédés, les observateurs asymptotiques développés permettent de reconstruire tout ou partie des états, en assurant une convergence asymptotique de l'erreur. Ils permettent de réécrire une partie de la structure du modèle en une partie indépendante de la cinétique de réaction. L'observateur asymptotique a été proposé par [Dochain2] pour des systèmes partiellement observables ou partiellement connus.

#### 4.5.1 Principe et application au système de nitrification

Le principe de ces observateurs est de tirer partie d'un changement de variables permettant de réécrire le système initial dans une base où le système est indépendant des cinétiques inconnues. Le détail et la généralisation de cette approche est donnée dans [Dochain]. Le modèle macroscopique de nitrification (3.12-3.16) à deux étapes présenté dans le chapitre 3 peut générer des estimations de  $X_1$  et  $X_2$  concentrations AOB et NOB en fonction des mesures disponibles ( $S_{in}, S_1, S_2$  et  $S_3$ ), mais nécessite la cinétique,  $u_1$  et  $u_2$ . Pour contrer cet inconvénient, un observateur asymptotique été conçu sur le modèle macroscopique (3.12-3.16) afin d'estimer  $X_1$  et  $X_2$ . Introduisons les combinaisons linéaire suivantes des variables d'état mesurées et non mesurées : Les dynamiques de  $Z_1$  et  $Z_2$  sont décrites par

$$\begin{aligned} Z_1 &= \frac{X_1}{y_a} + S_1 \\ Z_2 &= \frac{y_a}{y_b} X_2 + S_1 - S_2 \end{aligned} \quad (4.10)$$

Les dérivés de ces nouvelles variables permettent d'obtenir les nouvelles équations 4.11 qui sont indépendantes  $\mu_1$  et  $\mu_2$  :

$$\begin{aligned} \dot{Z}_1 &= D(\text{Sin} - Z_1) \\ \dot{Z}_2 &= D(\text{Sin} - Z_2) \end{aligned} \quad (4.11)$$

Les variables  $X_1$  et  $X_2$  peuvent être estimées par les relations suivantes :

$$\hat{X}_1 = y_a(\hat{Z}_1 - S_1) \quad (4.12)$$

$$\hat{X}_2 = \frac{y_b}{y_a}(\hat{Z}_2 + S_2 - S_1) \quad (4.13)$$

Soient les erreurs d'estimation, notée  $e_1$ ,  $e_2$  définies comme suit :

$$e_1 = Z_1 - \hat{Z}_1 \quad (4.14)$$

$$e_2 = Z_2 - \hat{Z}_2 \quad (4.15)$$

Les dynamiques de d'erreurs suivent alors les relations suivantes :

$$\dot{e}_1 = -De_1 \quad (4.16)$$

$$\dot{e}_2 = -De_2 \quad (4.17)$$

La convergence de  $e_1$  et  $e_2$  vers 0 est garantie si D est persistant.

*Theorem* : Le système 4.16,4.17 converge vers zéro en régime permanent s'il existe deux constantes positives  $\alpha$  et  $\beta$  telles que, à chaque instant t [Dochain].

$$0 \ll \alpha \ll \int_t^{t+\beta} D(\tau) d\tau \quad \forall t \geq 0 \quad (4.18)$$

La condition (4.18) impose que le taux de dilution D ne doit pas être nul sur de longues périodes, ce qui implique que cette stratégie d'estimation n'est valide que pour des cultures en mode fed-batch ou en mode continu.

## 4.5.2 Résultats de simulation et discussion

L'observateur asymptotique 4.11, a été testé en simulation, en choisissant comme valeurs des paramètres du modèle, celles identifiées dans la section (3.5.4). Les résultats obtenus sont montrés sur la figure 4.2. Remarquons que les variables estimées  $\hat{X}_1$  et  $\hat{X}_2$  convergent vers les variables réelles après un certain temps (à peu près 30 sec), malgré qu'on n'a pas considéré en compte les cinétiques du système. Bien que la convergence est assurée, on ne peut pas malheureusement

régler la vitesse de convergence du moment où l'observateur dépend uniquement de la dynamique du système à travers le paramètre  $D$ .

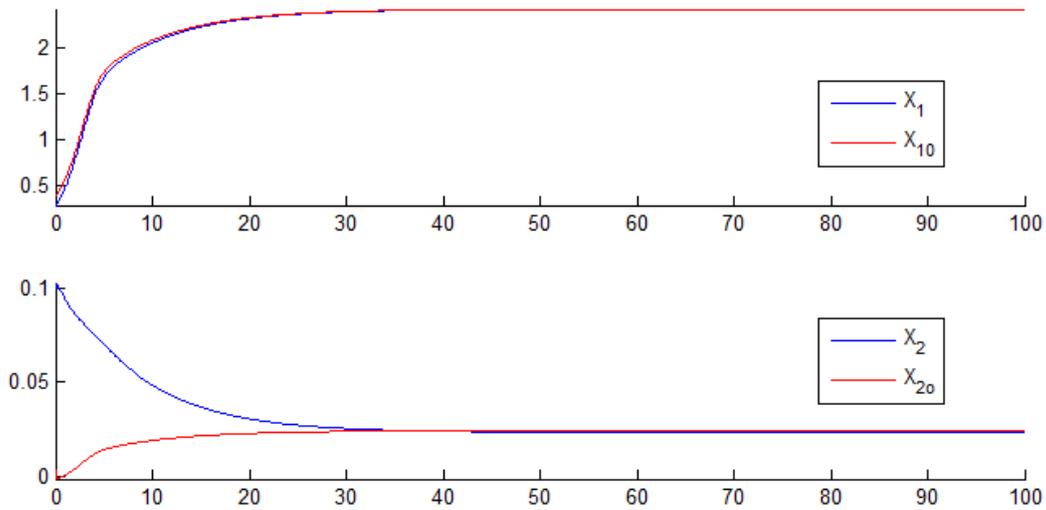


FIGURE 4.2 – l'estimation des variables  $X_1, X_2$  par l'observateur asymptotique

## 4.6 Observateur par intervalles

Les observateurs par intervalle introduits pour la première fois par [Gouzé]. Leur synthèse est basée sur la théorie des systèmes coopératifs. Ils ont l'avantages d'être robustes face aux entrées incertaines, connues seulement par leurs bornes supérieures et inférieures. Le principe consiste en une stratégie estimation alternative, permettant de tenir compte des incertitudes sur le modèle ou sur les mesures, repose sur la détermination d' intervalle stable encadrant l'état non mesuré figure (4.3).

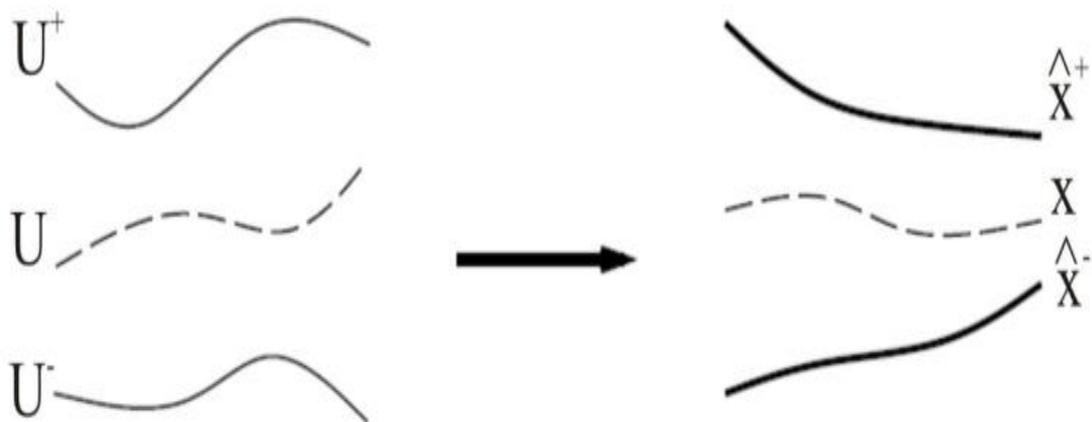


FIGURE 4.3 – le principe d'un observateur par intervalle.[Dochain]

En effet, un observateur par intervalles pour un bioprocédé peut être construit sur la base de deux observateurs asymptotiques : elle donne une estimation de la borne supérieure et l'autre fournit une estimation de la borne inférieure de la variable inconnue. Ces deux trajectoires définissent alors un intervalle stable pour la trajectoire de l'état à estimer, dont la largeur dépend de la connaissance des bornes d'appartenance des mesures ou paramètres incertains du modèle. Malheureusement, cette approche par intervalle présente : deux inconvénients

- 1) Si l'intervalle d'estimation est très large, alors peu d'informations seront données, ce qui rend l'observateur peu utile.
- 2) L'encadrement de la variable inconnue n'est assuré que si la matrice Jacobienne du système dynamique des erreurs est coopérative. Le développement de l'observateur par intervalles repose sur la propriété de *coopérativité*.

*Définition* : le système dynamique  $\dot{X} = f(x)$  est dit coopératif si les termes non diagonaux de la matrice Jacobienne de  $f$  sont positifs ou nuls [Dochain2].

Considérons donc le système général :

$$\begin{aligned}\dot{x}(t) &= f(x(t), u(t), w(t)), x(t_0) = x_0 \\ y(t) &= h(x(t), v(t))\end{aligned}\tag{4.19}$$

avec : Ou les vecteurs

- $x(t) \in \mathbb{R}^n$
- $u(t) \in \mathbb{R}^m$
- $y(t)$  vecteur de sortie  $\in \mathbb{R}^p$
- $f$  fonction non-linéaire  $\mathbb{R}^n \times \mathbb{R}^m \times \mathbb{R}^r \rightarrow \mathbb{R}^n$
- $h$  équation de mesure ou de sortie  $\mathbb{R}^n \times \mathbb{R}^s \rightarrow \mathbb{R}^p$
- $w$  terme d'incertitude relatif à l'équation d'état  $\in \mathbb{R}^r$
- $v$  terme d'incertitude relatif à l'équation de sortie  $\in \mathbb{R}^s$

Les incertitudes des grandeurs mal connues ainsi que la condition initiale  $X_0$  sont bornées par des limites supérieures et inférieures comme suit :

$$\begin{aligned}w^-(t) &\leq w(t) \leq w^+(t) \\ v^-(t) &\leq v(t) \leq v^+(t)\end{aligned}\tag{4.20}$$

Un observateur par intervalles est donné par le système dynamiques suivant :

*pour la borne supérieure*

$$\begin{aligned}\dot{Z}^+ &= f^+(Z^+, Z^-, u, y, w^+, w^-, v^+, v^-) \\ X^+ &= h^+(Z^+, Z^-, u, y, w^+, w^-, v^+, v^-)\end{aligned}\tag{4.21}$$

*pour la borne inférieure*

$$\begin{aligned}\dot{Z}^- &= f^-(Z^+, Z^-, u, y, w^+, w^-, v^+, v^-) \\ X^- &= h^-(Z^+, Z^-, u, y, w^+, w^-, v^+, v^-)\end{aligned}\tag{4.22}$$

avec  $Z^+, Z^- \in \mathbb{R}^n$  et  $X_0^- \leq X_0 \leq X_0^+$ .

Les fonction  $(f^+, f^-, g^+, g^-, h^+, h^-)$  encadrent la dynamique nominale de l'observateur. L'ob-

servateur est un observateur par intervalles si pour la condition initiale bornée  $X_0^- \leq X_0 \leq X_0^+$ , le système couplé (observateur et système) permet de garantir que l'état non mesuré reste borné par un intervalle stable [Dochain]. Cette condition est notamment garantie dans le cas de système coopératif. Alors les estimées des bornes supérieure et inférieure de l'état encadrent sa valeur réelle.

#### 4.6.1 Application au processus de nitrification

Pour assurer l'encadrement de cet observateur, dans un premier temps, il faut s'assurer la coopérativité du système. La matrice jacobienne est donnée par :

$$J(e1, e2) = \begin{vmatrix} -D & 0 \\ 0 & -D \end{vmatrix} \quad (4.23)$$

Ce système est donc coopératif puisque les termes non diagonaux sont positifs ou nuls.

*pour la borne supérieure*

$$\begin{aligned} \dot{\hat{Z}}_1^+ &= D(\text{Sin}^+ - Z_1^+) \\ \hat{X}_1^+ &= y_a(\hat{Z}_1^+ - S_1) \end{aligned} \quad (4.24)$$

$$\begin{aligned} \dot{\hat{Z}}_2^+ &= D(\text{Sin}^+ - Z_2^-) \\ \hat{X}_2^+ &= \frac{y_b}{y_a}(\hat{Z}_2^+ + S_2 - S_1) \end{aligned} \quad (4.25)$$

*pour la borne inférieure*

$$\begin{aligned} \dot{\hat{Z}}_1^- &= D(\text{Sin}^- - Z_1^-) \\ \hat{X}_1^- &= y_a(\hat{Z}_1^- - S_1) \end{aligned} \quad (4.26)$$

$$\begin{aligned} \dot{\hat{Z}}_2^- &= D(\text{Sin}^- - Z_2^-) \\ \hat{X}_2^- &= \frac{y_b}{y_a}(\hat{Z}_2^- + S_2 - S_1) \end{aligned} \quad (4.27)$$

#### 4.6.2 Résultats de simulation et discussion

Dans ce qui suit, nous présentons la simulation de l'observateur par intervalle (4.25)-(4.27). Ces simulations ont été réalisées sur une période de 50 jours il est testé pour estimer les concentrations de  $X_1$  et  $X_2$ . Les valeurs des paramètres du modèle utilisés dans la simulation sont celles données par le tableau (3.1), le débit d'alimentation est constant. Les résultats obtenus les performances de l'observateur sont illustrés par la figure (4.4).

On peut constater que l'observateur par intervalles a permis d'encadrer les variables inconnues  $X_1$  et  $X_2$  par des intervalles. L'erreur d'estimation finale dépend du taux de dilution. On peut noter en effet, que plus le taux de dilution est élevé, plus l'erreur finale d'estimation est faible. Aussi, on peut conclure qu'il est préférable pour les besoins de l'estimation, d'imposer un taux de dilution le plus grand possible. Cette solution n'est pas toujours faisable car le taux de dilution est issu d'une loi de commande et donc ne peut être choisi librement d'une part, et d'autre part il faut éviter les problèmes de lessivage.

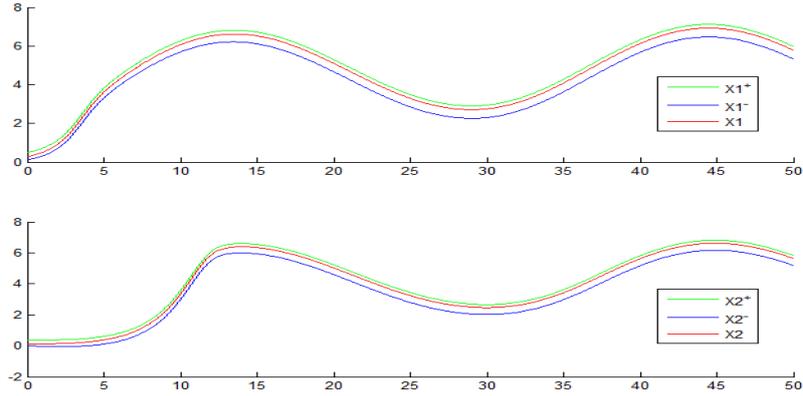


FIGURE 4.4 – Les variables  $X_1$ ,  $X_1$  estimées par l'observateur par intervalle (4.25)-(4.27)

## 4.7 Analyse de la robustesse de l'observateur asymptotique

### 4.7.1 La robustesse vis à vis la variation des valeurs des paramètres

Dans ce qui précède, les valeurs des paramètres ( $\mu_{max1}$ ,  $\mu_{max2}$ ,  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $y_a$  et  $y_b$ ) ont été supposées parfaitement connues et invariantes dans le temps. Dans cette section, nous testons la robustesse de l'observateur asymptotique. Pour ceci, nous supposons que le paramètre  $\mu_{max1}$  change de valeur de 1.310 à 2.100 et le paramètre  $\mu_{max2}$  change de valeur de 0.0801 à 1.180. Les résultats de simulation de l'observateur dans ce cas sont représentés par la figure(4.5). En suit nous supposons maintenant que le paramètre  $K_1$  change de valeur de 1.0050 à 2.5020, et le paramètre  $K_2$  change de valeur de 0.900 à 2.900. Les résultats obtenus sont donnés par la figure (4.6). Enfin, nous supposons que les dernier paramétrées  $y_a$  change la valeur de 1.3000 à 2.6020 et  $y_b$  change la valeur de 0.0700 à 1.4020, dont les résultats de simulation sont illustrés par la figure (4.7).

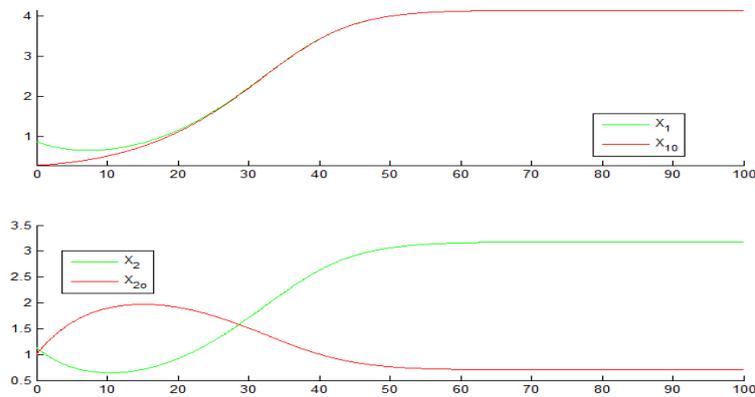


FIGURE 4.5 – Analyse de la robustesse de l'observateur asymptotique si les paramètres  $\mu_{max1}$  et  $\mu_{max2}$  change de valeur.

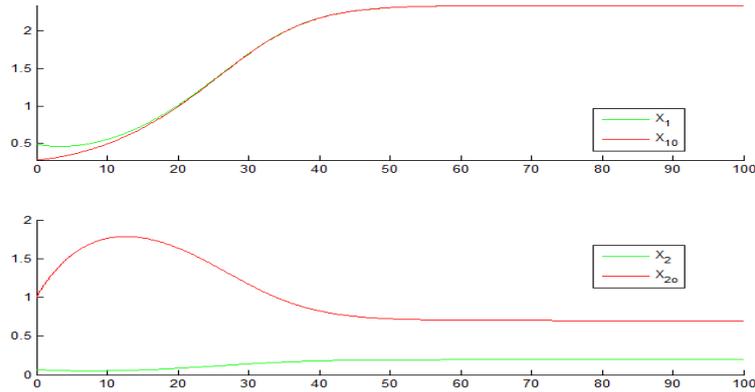


FIGURE 4.6 – Analyse de la robustesse de l’observateur asymptotique si les paramètres  $K_1$ , et  $K_2$  change de valeur.

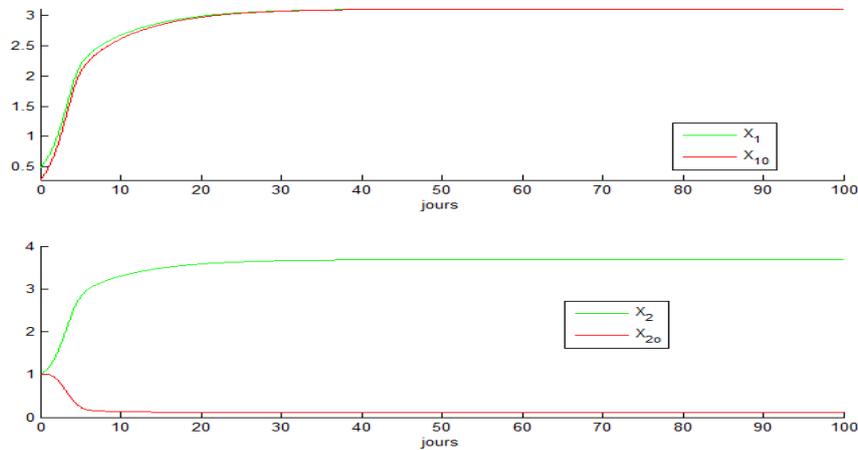


FIGURE 4.7 – Analyse de la robustesse de l’observateur asymptotique si les paramètres  $Y_b$  et  $Y_a$  change de valeur.

Sur les figures (4.5), (4.6), et (4.7), nous présentons la simulation des variables  $X_1$ ,  $\hat{X}_1$  et  $X_2$ ,  $\hat{X}_2$  suite à ses changements. Remarquons que  $\hat{X}_1$  converge toujours vers  $X_1$ , tandis que  $\hat{X}_2$  ne peut pas converger avec erreur nulle vers  $X_2$ . Ceci dit, que l’observateur asymptotique (4.11) ne garantit pas sa robustesse si un des paramètres du modèle change de valeur. C’est un inconvénient majeur de ce type d’observateurs. Ceci s’explique par le fait que cet observateur ne corrige pas sa dynamique en fonction de l’erreur entre la mesure et la prédiction.

#### 4.7.2 La robustesse vis à vis les bruits

Afin de tester la robustesse d’observateur asymptotique vis-à-vis les bruits de mesures, nous supposons maintenant que les mesures  $S_1$ ,  $S_2$  et  $S_3$  sont superposées bruité par un bruit blanc gaussien. Et nous avons testé l’observateur (4.13) et (4.12) en simulation.

Les résultats de simulation de l’observateur (4.32)-(4.33) en présence de bruit de mesures sont représentés sur la figure (4.8).

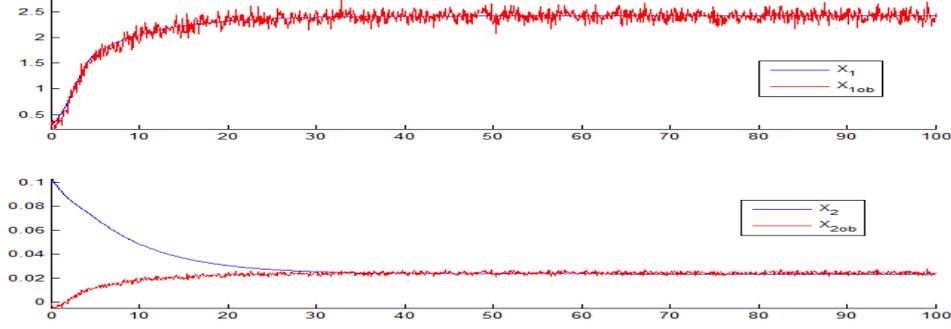


FIGURE 4.8 – L'estimation des variables  $X_1$  et  $X_2$  par l'observateur asymptotique en présence de bruits de mesures.

## 4.8 Observateur algébrique

L'observateur algébrique qu'on va proposer permet d'estimer les états non mesurés à partir des sorties et leurs dérivées. Reprenons notre modèle avec les cinq équations :

$$\dot{X}_1 = (\mu_1(S_1) - D)X_1 \quad (4.28)$$

$$\dot{S}_1 = \frac{\mu_1(S_1)}{Y_a} X_1 + (S_{in} - S_1) \quad (4.29)$$

$$\dot{X}_2 = (\mu_2(S_1) - D)X_2 \quad (4.30)$$

$$\dot{S}_2 = \frac{\mu_1(S_1)}{Y_a} X_1 - \frac{\mu_2(S_2)}{Y_b} X_2 - S_2 D \quad (4.31)$$

$$\dot{S}_3 = \frac{\mu_2(S_2)}{Y_b} X_2 - S_3 D \quad (4.32)$$

Les mesures disponibles sont  $S_1$ ,  $S_2$  et  $S_3$  donc, les cinétiques  $\mu_1$  et  $\mu_2$  peuvent être calculées. Nous pouvons alors estimer  $X_1$  et  $X_2$  à partir des équations (4.29) et (4.32) respectivement :

$$\hat{X}_1 = \frac{y_a(D(S_{in} - S_1) - \dot{S}_1)}{\mu_1(S_1)} \quad (4.33)$$

$$\hat{X}_2 = \frac{y_b(DS_3 + \dot{S}_3)}{\mu_2(S_2)} \quad (4.34)$$

On doit calculer d'abord les dérivées  $\dot{S}_1$  et  $\dot{S}_3$ . La méthode la plus directe pour calculer numériquement ces dernières, est l'utilisation de la définition :

$$\dot{S}_1 = \frac{S_1(k+1) - S_1(k)}{\Delta T} \quad (4.35)$$

$$\dot{S}_3 = \frac{S_3(k+1) - S_3(k)}{\Delta T} \quad (4.36)$$

avec  $\Delta T$  est le pas entre deux mesures. Nous avons calculé sous Matlab ces deux dérivées et d'en déduire donc les estimées  $\hat{X}_1$  et  $\hat{X}_2$  à partir (4.33) et (4.34)

### 4.8.1 Résultats de simulation et discussion

Nous avons testé l'observateur algébrique en simulation, en utilisant les valeurs des paramètres biologiques données par le Tableau 3.1. Nous avons simulé le système plus l'observateur sur 120 jours. A l'instant  $t = 70$ , nous avons changé l'entrée  $S_{in}$  de la valeur 2 à 1. Les résultats obtenus sont présentés par la figures (4.9).

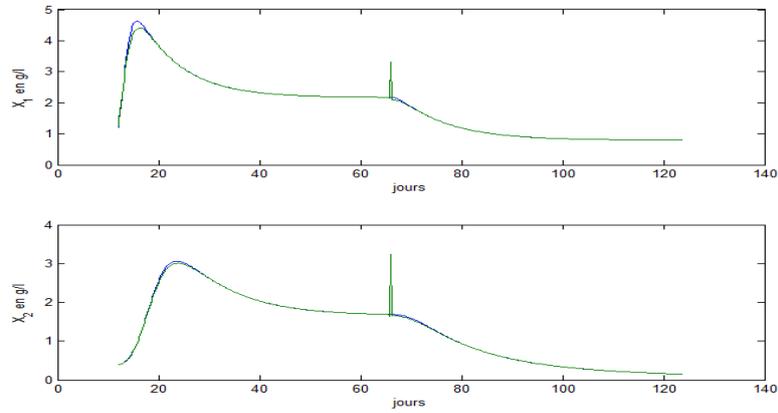


FIGURE 4.9 – Les variables  $X_1$   $X_2$  estimées par l'observateur algébrique (4.33) et (4.34)

Nous remarquons que l'observateur algébrique converge et permet d'estimer les concentrations des biomasses  $\hat{X}_1$  et  $\hat{X}_2$ , dans le cas où les mesures sont supposées non bruitées.

Afin de tester la robustesse de cet observateur vis-à-vis les bruits de mesures, nous supposons maintenant que les mesures  $S_1$ ,  $S_2$  et  $S_3$  sont superposées bruité par un bruit blanc gaussien, comme il illustré par la figure(4.10). Nous avons testé l'observateur algébrique (4.33) et (4.34) en simulation.

Les résultats de simulation de l'observateur (4.33) et (4.34) en présence de bruit de mesures sont représentés sur la figure (4.11)

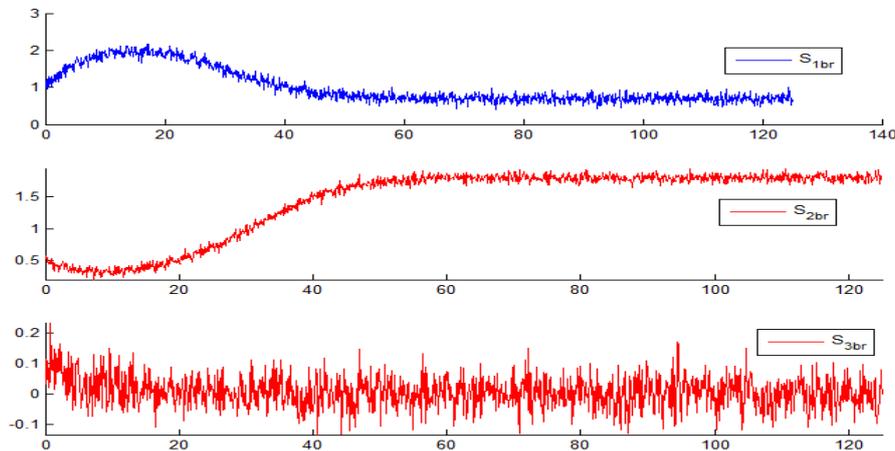


FIGURE 4.10 – Les mesures  $S_1$ ,  $S_2$  et  $S_3$  avec le bruit

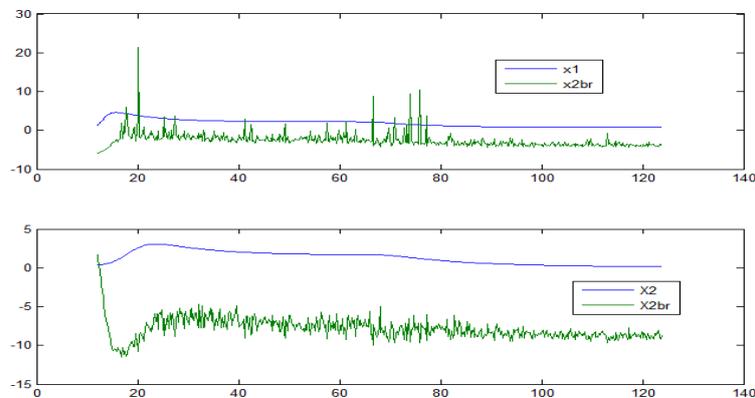


FIGURE 4.11 – L'estimation des variables  $X_1$   $X_2$  estimée par l'observateur algébrique en présence de bruits de mesures.

Nous remarquons que dans le cas ou les mesures sont bruitée les performances de l'observateur se sont malheureusement dégradées. Les signaux  $X_{1estim}$  et  $X_{2estim}$  sont tellement bruités que nous ne pouvons pas les exploiter la nature et donc, cette méthode est inutilisable dans ce cas.

Pour remédier à ce problème, des techniques récentes robustes été proposées récemment proposé par [Fliess], dont nous ne détaillons pas ici. Pour plus de détails sur ces méthodes, le lecteur peut consulter [Fliess].

## 4.9 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était de proposer des observateurs d'état pour le système de nitrification. Le but de reconstruire des concentrations inconnues des biomasses bactériennes à partir des mesures disponibles des substrats. Trois observateurs sont proposés : l'observateur asymptotique, l'observateur par intervalles et l'observateur algébrique. Ces observateurs convergent si les mesures ne sont pas bruitées et si les paramètres ne changent pas de valeur dans le temps. Malheureusement, si les mesures sont bruitées, l'observateur algébrique ne converge pas et si les valeurs de certains paramètres changent dans le temps, l'observateur asymptotique ne garantit pas la robustesse.

# Conclusion générale et perspectives

Dans ce mémoire, nous nous sommes intéressés à la modélisation, l'identification et l'observation d'un procédé de nitrification, qui est largement utilisé pour l'élimination de l'azote des eaux usées. La nitrification peut être décrite par deux étapes successives : nitritation et nitrification, où deux populations bactériennes interviennent et trois substrats sont considérés. Nous avons présenté dans un premier lieu la modélisation d'un tel système, en utilisant la loi de bilan de masses. Le modèle obtenu est à bases de cinq équations différentielles ordinaires non linéaires. Dans un second lieu, nous avons identifié les paramètres biologiques du système, à savoir les taux de réaction maximaux, les constantes de demi-saturation et les coefficients de rendement. Pour se faire, nous avons utilisé des données expérimentales du Laboratoire de Biotechnologie de l'Environnement, INRA de Narbonne. Le modèle identifié a été validé sur d'autres données expérimentales et, les résultats obtenus sont satisfaisants et acceptables. Les bioprocédés sont des systèmes incertains, dont les paramètres changent de valeurs dans le temps, les entrées varient souvent, les mesures sont bruitées. En plus, certaines variables ne sont pas mesurables en ligne, comme les concentrations des biomasses. Pour remédier à ces problèmes, des observateurs d'état sont proposés comme les observateurs asymptotiques et les observateurs par intervalles [Dochain], les observateurs à grand gains, les observateurs algébriques. Dans le cadre de notre projet, nous disposions des mesures des substrats et de la biomasse totale dans le bioréacteur, mais il ne fallait estimer séparément les biomasses nitritante et nitrifiante. Nous avons donc synthétisé des observateurs asymptotique et par intervalle pour retrouver ces dernières à partir des mesures disponibles. En absence de bruit et de changement des valeurs des paramètres, nous avons montré que ce type d'observateur convergent, mais si les paramètres du modèle changent de valeurs (ou si les mesures sont trop bruitées), alors ces observateurs peuvent ne pas être robustes et donc, ils montrent leurs limitations. Aussi, nous avons testé un simple observateur algébrique, qui consiste à estimer les variables inconnues à partir des mesures et leurs dérivées et les résultats obtenus étaient satisfaisants. Malheureusement, calculer la dérivée en utilisant sa définition et en présence de bruit de mesure, ne donne pas des résultats acceptables. Nous avons, montré cette limitation de l'observateur algébrique par simulation. Comme perspectives de notre travail, nous pouvons citer les points suivants :

- Utiliser les observateurs numériques proposés par [Fliss].
- Utiliser des observateurs à grands gains et à modes glissants.
- Synthétiser de loi de commande afin d'optimiser le fonctionnement du système (optimiser l'élimination de l'azote).



# Bibliographie

[Grégorio] Grégorio Crin et Pierre Marie Badot, Traitement et épuration des eaux industrielle polluées Procédés membranaires biosorption et oxydation chimique, IWA Publishing 2007.

[J.Rvaillant] J.Rvaillant, Perfectionnements et nouveautés pour l'épuration des eaux résiduaires. Cambridge University Press, 1991.

[Marie] MARIE-ODILE RATEL Mis à jour par CELINE DEBRIEU, Elimination Des Nitrates Des Eaux Potables. Office International de l'eau SNIDE Francs 2002.

[Calvet] Calvet,R et Christian Buson. Faut-il encore avoir peur des nitrates. Édition de l'institut de l'environnement Francs Trieste, 3-28 Mars 1991.

[Mammeri] MAMMERI Lamia. Étude de la réaction de nitrification par l'utilisation du succinate de sodium. Rapport PFE 2006-2007.

[Pambrun] Vaitea Pambrun. Analyse et modélisation de la nitrification partielle et de la précipitation concomitante du phosphore dans un réacteur à alimentation séquencée. PhD thesis, Université de Toulouse 2006.

[J.Groffaud] J.Groffaud, A.ferreol,P.Larzabal,H.Clergeon. Estimation des Paramètres Spatio-Temporels d'un Canal de Propagation à Trajets Multiples. I.E.E.E. volume 10, 1999.

[Djalel] Djalel Eddine Mazouni. Modélisation et Commande en Temps Minimum des Réacteurs Biologiques Séquentiels Discontinus. PhD thesis, Université Claude Bernard-Lyon 2006

[BOUGARD] Daisy BOUGARD. Traitement biologique d'effluents azotes avec arrêt de la nitrification au stade de nitrite, L'école National Supérieure Agronomique de Montpellier, 2004.

[Bonnet] Pierre Bonnet, Identification des Processus, Université Sciences et Technologies Lille 1. COURS 2010-2011.

[Éric Walter] , Luc Pronzato. Identification de modèle paramétrique à partir de données. Cambridge University Press 1994

[Olivier] Olivier Bernard and Jean ?Luc Gouzé. Estimation for Bioprocesses. I.E.E.E. 2001

[Olivier 2] J.Ph.Steyer, Olivier Bernard and B.Chachuat. State estimation for Wasterwater tretment processes. Lectures given at the Summer School on Mathematical Control Theory. 3-28 September 2001.

[Dochain] D. Dochain and collectif. Automatique des bioprocédés. Hermès, 2001.

[Dochain2] D. Dochain and G.Bastin. On-line Estimation, and Adaptive Control of Bioractors. Eleservier Science Publication,,1990.

[Benyahia] Boumediène BENYAHIA. Modélisation et observation des bioprocédés à membranes : application à la digestion anaérobie . PhD thesis, L'UNIVERSITÉ DE TLEMCEEN, ALGÉRIE 2012.

[Benyahia 2] Benyahia, B., and M.Dumont,A,, and J.Harmand,. and J-J Goden. Observers for Microbial Ecology-How Including Molecular Data into Bioprocess Modeling.2008.

[Fliess] Mamadou Mboup,Cédric JOIN, Michel Fliess. A revised look at numerical differentiation with an application to nonlinear feedback control, 2007.

[Gouze] J.L.Gouze, A.Rapapport, and Z.HADJ-Saddok. Interval observers for uncertain biological systemes, Ecologicaln Modelling, 2000.