



HAL
open science

Procédé à boues activées pour le traitement d'effluents papetiers : de la conception d'un pilote à la validation de modèles

Cindy Bassompierre

► To cite this version:

Cindy Bassompierre. Procédé à boues activées pour le traitement d'effluents papetiers : de la conception d'un pilote à la validation de modèles. domain_stic.inge. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2007. Français. NNT : . tel-00130907

HAL Id: tel-00130907

<https://theses.hal.science/tel-00130907>

Submitted on 14 Feb 2007

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Remerciements

Je tiens à remercier tout d'abord M. Alain Barraud, directeur du Laboratoire d'Automatique de Grenoble, ainsi que M. Jean-Claude Roux, responsable de l'équipe Génie Papetier du Laboratoire de Génie des Procédés Papetiers, pour m'avoir permis de réaliser ces travaux au sein de leur unité.

J'adresse mes plus vifs remerciements aux personnes qui m'ont encadrée durant ces trois années :

- M. Marc Arousseau, mon directeur de thèse, pour ses mots d'encouragements et qui, grâce à ses qualités humaines, d'encadrement et de gestion de projet, a su mettre en relation l'ensemble des acteurs de ce travail ;
- Mme Catherine Cadet, pour sa grande disponibilité et ses conseils avisés ainsi que pour sa confiance toujours renouvelée ;
- M. Jean-François Béteau, pour les nombreuses pistes qu'il m'a données à explorer et les remarques pertinentes qu'il a su m'apporter ;
- Mme Agnès Guillet, pour les connaissances qu'elle m'a apportées sur le fonctionnement de ces procédés de traitement bien capricieux.

Je remercie également Mme Sylviane Gentil d'avoir accepté d'être président de ce jury mais aussi de m'avoir éclairé sur les chemins de l'aide à la décision.

Mesdames Marie-Noëlle Pons et Isabelle Queinnec, m'ont fait l'honneur de bien vouloir être les rapporteurs de cette thèse, et je les en remercie tout particulièrement. Je les remercie également pour le regard critique qu'elles ont portées sur ces travaux.

La conception et le développement du pilote n'auraient pu être envisagés sans la participation active de Mohamed, Matthieu et Gabriel. Je vous remercie pour le temps passé sur cette manip et pour la gentillesse avec laquelle vous m'avez sortie des petits tracas techniques.

Je remercie les Papeteries de Lancey, et plus particulièrement M. Philippe Boivin et M. Antoine Gomes, notamment par le soutien et l'intérêt qu'ils ont portés à ce travail, ainsi que pour leur participation à l'élaboration et au fonctionnement de ce pilote.

Toute ma reconnaissance également à Fernanda Lenzi qui a réalisé une grande partie des mesures sur le pilote et a ainsi grandement contribué à la constitution de la base de données nécessaire à l'aboutissement de ce travail.

Un grand merci au personnel administratif du LAG et du LGP2 pour leur gentillesse et leur disponibilité.

Je remercie énormément Marie-Louise et Mélanie pour le temps passé à la mise en page et à la relecture de ce document.

Ma gratitude la plus profonde aux amis toujours présents : Matthieu, Magalie, Delphine, Emmanuel, Eric, Alexis, Salvador, John.

A mes parents qui ont toujours su respecter mes décisions, qui m'ont constamment encouragée dans les moments difficiles en me faisant apprécier les petits bonheurs, à Laurent qui a su m'épauler chaque jour de cette thèse, qui a su supporter ma mauvaise humeur lors de ces derniers mois, qui n'a cessé de m'apporter ses sourires et son humour : MERCI ! ... MERCI !

à Laurent,

à mes parents,

“En essayant continuellement, on finit par réussir.

Donc plus ça rate, plus on a des chances que ça marche.”

Devise Shadok

Table des matières

Introduction	25
Chapitre 1 – Problématique du traitement des effluents papetiers	29
1. Les pollutions aqueuses et leur traitement	31
1.1 Evaluation de la pollution	31
1.2 Les effluents papetiers.....	34
1.2.1 <i>La fabrication du papier</i>	34
1.2.2 <i>Caractéristiques d'un effluent papetier</i>	35
1.3 Les grandes étapes du traitement	37
1.3.1 <i>Le pré-traitement</i>	37
1.3.2 <i>Le traitement primaire</i>	39
1.3.3 <i>Le traitement secondaire</i>	39
1.3.4 <i>Les traitements tertiaires</i>	40
1.3.5 <i>Le traitement des boues</i>	40
1.3.6 <i>Efficacité du traitement d'un effluent papetier</i>	41
2. Le traitement secondaire à boues activées	41
2.1 Les boues activées à l'échelle microscopique.....	41
2.1.1 <i>Les éléments nécessaires au développement des micro-organismes</i>	41
2.1.2 <i>Microfaune et microflore</i>	42
2.1.3 <i>Les processus métaboliques</i>	42
2.2 Le fonctionnement du procédé à boues activées	45
2.3 Caractéristiques de fonctionnement	46
2.3.1 <i>Définitions</i>	46
2.3.2 <i>Application à une station de traitement d'un effluent papetier</i>	48
3. Le suivi de la qualité de traitement	49
3.1 Le suivi actuel	49
3.2 Influence des fluctuations des effluents papetiers sur la qualité de traitement	49
3.3 Problématique associée aux mesures	51

3.4	L'apport d'un système avancé d'aide à l'opérateur	54
3.4.1	<i>Introduction</i>	54
3.4.2	<i>Revue bibliographique</i>	56
3.4.3	<i>Démarche proposée</i>	57
4.	Conclusion	58

Chapitre 2 - Modélisation du procédé à boues activées pour effluents papetiers

1.	Les modèles des procédés à boues activées	63
1.1	Introduction	63
1.2	Modélisation des procédés biologiques.....	64
1.3	Le modèle biologique ASM1	68
1.3.1	<i>Phénomènes biologiques et variables d'état</i>	68
1.3.2	<i>Ecriture du modèle</i>	69
1.4	Approches basées sur le modèle ASM1 – revue bibliographique.....	72
1.4.1	<i>Approches basées sur le choix du schéma réactionnel</i>	72
1.4.2	<i>Approches basées sur la linéarisation</i>	73
1.4.3	<i>Les modèles pour effluents papetiers</i>	74
2.	Etudes préliminaires sur un effluent urbain	75
2.1	Hypothèses de réduction	76
2.1.1	<i>Tentative de linéarisation de la loi de Monod</i>	76
2.1.2	<i>Simplification du schéma réactionnel par rapport à ASM1</i>	77
2.2	Equations du modèle réduit urbain.....	79
2.3	Validation du modèle réduit urbain.....	81
2.3.1	<i>Mise en oeuvre</i>	81
2.3.2	<i>Identification des paramètres</i>	83
2.3.3	<i>Validation</i>	84
3.	Peut-on appliquer le modèle réduit urbain à un effluent papetier ?	86
3.1	Objectifs des études d'identifiabilité.....	86
3.2	Mise en œuvre	87
3.3	Résultats et discussion.....	88
4.	Proposition d'un modèle papetier	90
4.1	Ecriture du modèle papetier	90
4.1.1	<i>Hypothèses de réduction</i>	90
4.1.2	<i>Equations du modèle papetier</i>	92
4.1.3	<i>Pré-identification des paramètres</i>	93

4.2	Analyse du modèle	94
4.2.1	<i>Etude de la cohérence du modèle</i>	94
4.2.2	<i>Analyse du domaine de validité du modèle papetier par la méthode ACP</i>	95
4.3	Tentative d'identification sur une base de données papetières	98
4.3.1	<i>Création d'une base de données papetières pour la simulation et identification paramétrique du modèle papetier</i>	98
4.3.2	<i>Intégration du clarificateur dans le modèle papetier</i>	101
5.	Conclusion	105
Chapitre 3 – Pilote semi-industriel : conception et caractérisation		107
1.	Conception et réalisation du pilote	109
1.1	Définition des objectifs	109
1.2	Stations industrielle et urbaine support de l'étude	109
1.2.1	<i>Station industrielle support</i>	109
1.2.2	<i>Station urbaine support</i>	111
1.2.3	<i>Conclusion</i>	112
1.3	Conception, réalisation et mise en œuvre du pilote	112
1.3.1	<i>Le stockage de l'effluent</i>	114
1.3.2	<i>Le bassin tampon</i>	115
1.3.3	<i>Le réacteur biologique</i>	116
1.3.4	<i>Le clarificateur secondaire</i>	120
1.3.5	<i>Système de circulation des liquides</i>	122
1.3.6	<i>Instrumentation du pilote</i>	122
1.3.7	<i>Conclusion</i>	124
1.4	Supervision du pilote.....	124
1.4.1	<i>Rôle de la supervision</i>	125
1.4.2	<i>Matériel et méthode</i>	126
1.4.3	<i>Présentation de l'outil proposé</i>	127
1.5	Mesures effectuées par prélèvements.....	130
2.	Etudes préliminaires et fonctionnement du pilote	132
2.1	Etude hydrodynamique	133
2.1.1	<i>Introduction</i>	133
2.1.2	<i>Protocole expérimental</i>	133
2.1.3	<i>Résultats et discussion</i>	134
2.2	Caractérisation de l'aération.....	137
2.2.1	<i>Introduction</i>	137
2.2.2	<i>Protocole expérimental</i>	138
2.2.3	<i>Résultats et discussion</i>	139

2.3	Fonctionnement du pilote.....	140
2.3.1	<i>Caractérisation de l'effluent papetier alimentant le pilote.....</i>	140
2.3.2	<i>Modification du pilote durant les essais.....</i>	142
2.3.3	<i>Modifications sur le clarificateur</i>	143
2.4	Performances du pilote.....	145
3.	Conclusion	147
Chapitre 4 – Validation du modèle papetier		149
1.	Démarche de validation du modèle papetier	151
2.	Vérification des hypothèses pour le modèle papetier.....	152
3.	Proposition d'un modèle de mesures indirectes	154
3.1	Lien entre mesures et variables d'état des composés organiques (X_{S_S} et X_{B_H})	154
3.2	Optimisation des mesures.....	155
3.2.1	<i>Détermination de fonctions de corrélation</i>	155
3.2.2	<i>Equivalence des mesures de l'azote sur le clarificateur</i>	158
3.2.3	<i>Mesure de l'oxygène dissous.....</i>	159
3.3	Le modèle de mesures indirectes	160
4.	Constitution de la base de données pour la validation du modèle papetier	160
4.1	Choix des évènements.....	160
4.1.1	<i>Evènements réalisables sur le pilote.....</i>	160
4.1.2	<i>Simulation d'un échelon de débit d'entrée</i>	161
4.2	Constitution d'une base de données	164
5.	Identification des paramètres biologiques du modèle papetier.....	168
6.	Validation du modèle	171
7.	Conclusion	172
Conclusions générale et perspectives		175
Références.....		179

Annexes	187
Annexe A – Techniques de mesures pour les procédés biologiques de traitement et protocoles opératoires utilisés sur le pilote	189
Annexe B – Présentation des Papeteries de Lancey : de la chaîne de fabrication du papier à la station de traitement de l’effluent.....	199
Annexe C – Proposition d’un observateur des états non mesurés.....	205
Annexe D – Ecriture des modèles réduits sous forme matricielle.....	211
Annexe E – L’analyse en Composantes Principales.....	213
Annexe F – Caractéristiques du pilote.....	219
Annexe G – Le simulateur	227

Liste des figures

Chapitre 1

- Figure 1.1 : Matériaux impliqués dans la fabrication du papier et matières rejetées.
- Figure 1.2 : Etapes d'une filière de traitement des eaux.
- Figure 1.3 : Métabolisme d'une bactérie hétérotrophe ou autotrophe.
- Figure 1.4 : Mécanisme de dégradation des matières carbonées dans les procédés biologiques.
- Figure 1.5 : Mécanisme de dégradation des matières azotées dans les procédés biologiques.
- Figure 1.6 : Schéma de principe du procédé de traitement secondaire.
- Figure 1.7 : Configuration du réacteur en fonction de la composition de l'effluent.
- Figure 1.8 : Scénario de dysfonctionnement et comparaison entre le système de décision classique et le système basé sur la co-opération.

Chapitre 2

- Figure 2.1 : Evolution de la concentration des bactéries pour une culture en mode batch.
- Figure 2.2 : Représentation graphique des lois de Monod et de Haldane.
- Figure 2.3 : Matrice des réactions cinétiques et rendements du modèle ASM1.
- Figure 2.4 : Plage de variation du simulateur sur la loi de Monod.
- Figure 2.5 : Diagramme fonctionnel du sous-modèle associé au compartiment anoxique.
- Figure 2.6 : Diagramme fonctionnel du sous-modèle associé au compartiment aérobie.
- Figure 2.7 : Configuration hydrodynamique du modèle réduit urbain.
- Figure 2.8 : Validation du modèle réduit urbain sur le jeu de données *orage*_{entrée} – compartiment anoxique.
- Figure 2.9 : Validation du modèle réduit urbain sur le jeu de données *orage*_{entrée} – compartiment aérobie.
- Figure 2.10 : Fonctions de sensibilité statique pour la variable d'état XS_S dans le comportement aérobie.
- Figure 2.11 : Utilisation de l'azote ammoniacal suivant la quantité présente dans l'effluent.
- Figure 2.12 : Pourcentage d'information apportée par chaque composante principale.
- Figure 2.13 : Cercle de corrélation de la première et de la seconde composantes principales.
- Figure 2.14 : Cercle de corrélation de la première et de la troisième composantes principales.
- Figure 2.15 : Jeu de données *papetier*_{entrée}.
- Figure 2.16 : Jeu de données *papetier*_{recyclage}.
- Figure 2.17 : Simulation du modèle de référence et du modèle papetier sur le jeu de données *papetier*_{entrée}.
- Figure 2.18 : Schéma fonctionnel du clarificateur.
- Figure 2.19 : Simulation du modèle de référence et du modèle papetier associé au clarificateur statique sur le jeu de données *papetier*_{entrée}.

Chapitre 3

- Figure 3.1 : Vue d'ensemble du pilote.
- Figure 3.2 : Schéma de principe du procédé.
- Figure 3.3 : Bassin de stockage de l'effluent.
- Figure 3.4 : (a) Bassin tampon, (b) Réchauffeurs.
- Figure 3.5 : Réacteur biologique : (a) Vue d'ensemble, (b) Coupe transversale.
- Figure 3.6 : Différentes configurations de circulation du fluide dans le réacteur.
- Figure 3.7 : Schéma de principe du système d'aération du pilote.
- Figure 3.8 : Rampes de bullage.
- Figure 3.9 : (a) Clarificateur (b) Schéma du clarificateur.
- Figure 3.10 : Coupes du clarificateur.
- Figure 3.11 : Schéma tuyauterie & Instrumentation du pilote.
- Figure 3.12 : Architecture matérielle de l'installation et flux d'information.
- Figure 3.13 : Synoptique de l'Interface Homme-Machine du pilote.
- Figure 3.14 : Emplacement des points de prélèvement du pilote.
- Figure 3.15 : Configuration expérimentale pour la mesure de DTS.
- Figure 3.16 : Distribution du temps de séjour $E(t)$ – Comparaison des courbes expérimentale et modélisée.
- Figure 3.17 : Zoom de $E(t)$ sur le début de l'expérimentation.
- Figure 3.18 : Configuration expérimentale pour la mesure de k_1a .
- Figure 3.19 : Tracé des courbes expérimentale et traitée.
- Figure 3.20 : Valeur de k_1a en fonction du pourcentage d'ouverture de la vanne.
- Figure 3.21 : Evolution des différentes mesures au sein de l'effluent papetier alimentant le pilote.
- Figure 3.22 : Grande quantité de boues dans le clarificateur.
- Figure 3.23 : Accumulation de boues devant les racles.
- Figure 3.24 : Modifications matérielles effectuées sur le clarificateur.
- Figure 3.25 : Evolution de la DCO_5 dans l'effluent d'entrée et en sortie eau claire
- Figure 3.26 : Taux d'abattement de la DCO_5 entre l'entrée du réacteur et la sortie eau claire

Chapitre 4

- Figure 4.1 : Méthodologie suivie pour la validation du modèle papetier.
- Figure 4.2 : Cartographie de la concentration en oxygène dissous (exprimé en $mg_{O_2}.L^{-1}$) au sein du réacteur sur un plan horizontal.
- Figure 4.3 : Corrélation DBO_{21} vs. DBO_5 – effluent et sortie réacteur.
- Figure 4.4 : Corrélation MVS vs. MES- sortie réacteur et boucle de recyclage.
- Figure 4.5 : Corrélation DCO_p vs. MVS – sortie réacteur et boucle de recyclage.
- Figure 4.6 : Equivalence sur S_{NH} entre le point de prélèvement 2 et les points 3 et 4.
- Figure 4.7 : Simulation de l'influence sur les états de la perturbation sur le débit d'entrée.
- Figure 4.8 : Allures des fonctions de sensibilité.
- Figure 4.9 : Base de données des entrées du modèle papetier – 1^{ère} campagne de mesures.
- Figure 4.10 : Base de données des entrées du modèle papetier – 2^{ème} campagne de mesures.
- Figure 4.11 : Courbe d'identification du modèle réduit papetier.
- Figure 4.12 : Courbe de validation du modèle réduit papetier.

Annexe A

Figure A.1 : Evolution temporelle de la DBO.

Annexe B

Figure B.1 : Schéma de la chaîne de fabrication du papier.
Figure B.2 : Devenir des eaux blanches et provenance de l'effluent.
Figure B.3 : Schéma du traitement primaire physico-chimique.
Figure B.4 : Schéma du traitement secondaire biologique.
Figure B.5 : Caractéristiques de la STEP de Lancey et de son effluent.

Annexe C

Figure C.1 : Principe de l'observateur à horizon glissant.
Figure C.2 : Convergence de l'observateur en phase aérobie.
Figure C.3 : Validation de l'observateur sur la base de données *pluie_{réacteur}*.

Annexe E

Figure E.1 : Exemple de diagramme de dispersion
Figure E.2 : Exemple d'un cercle de corrélation.

Annexe G

Figure G.1 : Configuration hydrodynamique de la station urbaine de référence.

Liste des tableaux

Chapitre 1

- Tableau 1.1 : Classification des composés de l'effluent suivant leur taille.
Tableau 1.2 : Classification des composés de l'effluent suivant leur nature chimique.
Tableau 1.3 : Caractérisation de l'effluent brut en fonction de son origine.
Tableau 1.4 : Influence des évènements de la chaîne de fabrication du papier sur l'effluent.
Tableau 1.5 : Classification du procédé en fonction de C_v et C_m .
Tableau 1.6 : Caractéristiques de fonctionnement des traitements par boues activées d'effluents papetiers.
Tableau 1.7 : Comparaison des durées d'obtention des résultats d'analyse en fonction du type de méthode utilisée.
Tableau 1.8 : Périodicité des mesures.
Tableau 1.9 : Implication du mode de constitution des échantillons sur la qualité de l'échantillon.

Chapitre 2

- Tableau 2.1 : Définition des paramètres utilisés dans le modèle ASM1.
Tableau 2.2 : Paramètres utilisés dans le modèle réduit urbain.
Tableau 2.3 : Valeurs des paramètres du modèle réduit urbain après identification.
Tableau 2.4 : Erreurs relatives moyennes et écart-type des variables d'état lors de la validation du modèle réduit urbain.
Tableau 2.5 : Valeur des variables d'état au point d'équilibre.
Tableau 2.6 : Valeurs nominales, minimales et maximales des paramètres du modèle réduit urbain.
Tableau 2.7 : Sensibilité au point d'équilibre des variables d'état du modèle réduit urbain en milieu aérobie.
Tableau 2.8 : Valeurs des paramètres du modèle papetier après identification sur la base de données *beau_{aérobie}*.
Tableau 2.9 : Cohérence du comportement du modèle papetier en cas de perturbation.
Tableau 2.10 : Localisation du problème de dynamique sur X_{BH} .

Chapitre 3

- Tableau 3.1 : Caractéristiques moyennes de la station industrielle support sur une durée de trois mois.
Tableau 3.2 : Caractéristiques moyennes de la station urbaine support.
Tableau 3.3 : Caractéristiques de fonctionnement du procédé pilote.
Tableau 3.4 : Mesures réalisées en fonction du point de prélèvement et du niveau de suivi.
Tableau 3.5 : Tableau récapitulatifs des paramètres caractéristiques du modèle hydrodynamique et du procédé physique.

- Tableau 3.6 : Caractéristiques de l'effluent.
Tableau 3.7 : Modifications effectuées sur le clarificateur pour améliorer son fonctionnement et conséquences.

Chapitre 4

- Tableau 4.2 : Concentrations (mg.L^{-1}) de nitrates/nitrites sur effluent brut et sortie réacteur.
Tableau 4.1 : Lien entre mesures et variables d'état organiques.
Tableau 4.3 : Perturbations réalisables sur le pilote.
Tableau 4.4 : Sensibilité des variables d'état par rapport aux paramètres.
Tableau 4.5 : Valeur des paramètres du modèle papetier après identification.
Tableau 4.6 : Erreurs et écart-types associés aux résultats de l'identification du modèle papetier.
Tableau 4.7 : Erreurs et écart-types associés aux résultats de l'identification du modèle papetier.

Annexe A

- Tableau A.1 : Volume d'échantillon à utiliser en fonction de la gamme de mesure.

Annexe F

- Tableau F.1 : Dysfonctionnement perceptibles par le superviseur et actions associées.

Nomenclature

Nomenclature

Concentrations

C	concentration en traceur (mg.L^{-1})
S_{alk}	alcalinité (-)
S_I	concentration en composés organiques inertes solubles ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
S_{ND}	concentration en azote organique biodégradable soluble ($\text{mg}_\text{N}.\text{L}^{-1}$)
S_{NH}	concentration en azote ammoniacal ($\text{mg}_\text{N}.\text{L}^{-1}$)
S_{NO}	concentration en nitrates-nitrites ($\text{mg}_\text{N}.\text{L}^{-1}$)
S_O	concentration en oxygène dissous ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
S_O^*	concentration en oxygène dissous à saturation ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
S_S	concentration en substrat rapidement biodégradable ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
X_B	concentration en biomasse ($\text{g}_{\text{O}_2}.\text{m}^{-3}$)
X_{BH}	concentration en biomasse hétérotrophe ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
X_{BA}	concentration en biomasse autotrophe ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
X_I	concentration en composés organiques inertes particulaires ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
X_{ND}	concentration en azote organique biodégradable particulaire ($\text{mg}_\text{N}.\text{L}^{-1}$)
X_P	concentration en particule de biomasse morte ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
X_S	concentration en substrat lentement biodégradable ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
X_{S_S}	concentration en substrat ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)

Mesures

DBO_5	Demande Biochimique en Oxygène à 5 jours ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
DBO_{21}	Demande Biochimique en Oxygène à 21 jours ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
DCO	Demande Chimique en Oxygène ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
DCO_s	Demande Chimique soluble en Oxygène ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
DCO_p	Demande Chimique particulaire en Oxygène ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)

DCO_T	Demande Chimique totale en Oxygène ($\text{mg}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
IM	indice de Molhman ($\text{mL}.\text{g}^{-1}$)
MES	Matières En Suspension ($\text{mg}.\text{L}^{-1}$)
MVS	Matières Volatiles Sèches ($\text{mg}.\text{L}^{-1}$)

Paramètres

b	coefficient de mortalité de la biomasse (j^{-1})
b_H	coefficient de mortalité de la biomasse hétérotrophe (j^{-1})
b_A	coefficient de mortalité de la biomasse autotrophe (j^{-1})
f_P	fraction de DCO inerte générée par la biomasse morte (-)
i_{XB}	fraction d'azote dans la biomasse hétérotrophe ($\text{g}_\text{N}.\text{g}_{\text{O}_2}^{-1}$)
k_{O_A}	coefficient de transfert de l'oxygène (j^{-1})
K_{O_A}	constante de demi-saturation en oxygène dissous pour la biomasse autotrophe ($\text{g}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
K_{O_H}	coefficient de demi-saturation en oxygène dissous pour la biomasse hétérotrophe ($\text{g}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
K_{inhib}	constante d'inhibition ($\text{g}.\text{L}^{-1}$)
K_N	coefficient de demi-saturation en azote ($\text{g}_\text{N}.\text{L}^{-1}$)
K_{NH}	coefficient de demi-saturation en azote ammoniacal ($\text{g}_{\text{NH}_3-\text{N}}.\text{L}^{-1}$)
K_{NO}	coefficient de demi-saturation en nitrates-nitrites ($\text{g}_{\text{NO}_3-\text{N}}.\text{L}^{-1}$)
K_S	coefficient de demi-saturation en substrat rapidement biodégradable ($\text{g}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
K_{X_S}	coefficient de demi-saturation en substrat biodégradable ($\text{g}_{\text{O}_2}.\text{L}^{-1}$)
Y	taux de conversion du substrat en biomasse ($\text{g}_{\text{DCO formée}} \cdot \text{g}_{\text{DCO oxydée}}^{-1}$)
Y_H	taux de conversion du substrat en biomasse des bactéries hétérotrophes ($\text{g}_{\text{O}_2 formée} \cdot \text{g}_{\text{O}_2 oxydée}^{-1}$)

Y_A	taux de conversion du substrat en biomasse associé aux bactéries autotrophes ($\text{g}_{\text{O}_2 \text{ formée}} \cdot \text{g}_{\text{N oxydé}}^{-1}$)
μ	taux spécifique de croissance (j^{-1})
μ_{max}	taux maximal de croissance (j^{-1})
$\hat{\mu}_A$	taux de croissance maximal de la biomasse autotrophe (j^{-1})
$\hat{\mu}_H$	taux de croissance maximal de la biomasse hétérotrophe (j^{-1})

Débits, surfaces et volumes

Q	débit en sortie de réacteur biologique ($\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$)
Q_0	débit d'entrée de l'effluent dans le réacteur biologique ($\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$)
Q_A	débit de recirculation interne ($\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$)
Q_R	débit de recyclage des boues ($\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$)
Q_{ec}	débit de sortie de l'eau épurée ($\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$)
Q_w	débit d'extraction des boues ($\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$)
S	surface de clarification (m^2)
V	volume du réacteur biologique (m^3)
V_{anox}	volume du compartiment anoxique (m^3)
$V_{aéro}$	volume du compartiment aérobie (m^3)
V_k	volume du compartiment k (m^3)

Notations mathématiques

γ	gain de l'observateur
E	fonction de distribution des temps de séjour
F_{SS}	coefficient de séparation des matières particulaires au sein du clarificateur
G	gradient de la fonction coût
J	fonction coût
$rapp$	coefficient pour la définition du modèle statique du clarificateur
$r_{Z_{anox}}$	vitesse biologique globale pour le compartiment anoxique
$r_{Z_{aéro}}$	vitesse biologique globale pour le compartiment aérobie
r_j	vitesse biologique globale pour la variable d'état j

r_k	apport des phénomènes biologiques pour le compartiment k
$S_{Z_j, p}$	fonction de sensibilité de la variable Z_j par rapport au paramètre p
T	longueur de l'horizon glissant de l'observateur
X	vecteur d'état
\hat{x}	vecteur d'état estimé
y	vecteur de sortie
y_{mes}	vecteur de sortie mesuré du modèle
y_{sim}	vecteur de sortie simulé du modèle
\hat{y}	vecteur de sortie estimé
Z_{anox}	vecteur d'état du compartiment anoxique
$Z_{aéro}$	vecteur d'état du compartiment aérobie
Z_k	vecteur d'état du compartiment k
Z_0	vecteur contenant les variables associées à l'effluent d'entrée
Z_A	vecteur contenant les variables associées à la boucle de recirculation interne
Z_{ec}	vecteur contenant les variables associées à l'eau épurée
Z_R	vecteur contenant les variables associées à la boucle de recyclage
ρ	cinétique de réaction
ρ_1	cinétique de la réaction d'oxydation de la matière carbonée
ρ_2	cinétique de la réaction de dénitrification
ρ_3	cinétique de la réaction de nitrification
ρ_4	cinétique de la réaction de mort de la biomasse hétérotrophe
ρ_5	cinétique de la réaction de mort de la biomasse autotrophe

Caractéristiques de fonctionnement d'une station

C_m	charge massique ($\text{kg}_{\text{O}_2} \cdot \text{kg}_{\text{MVS}}^{-1} \cdot \text{j}^{-1}$)
C_V	Charge volumique ($\text{kg}_{\text{O}_2} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{j}^{-1}$)
r	taux de recyclage (-)
θ_l	temps de passage fictif (j)
θ_C	âge des boues (j)
t_S	temps de passage (j)
v_0	vitesse ascensionnelle au sein du clarificateur ($\text{m} \cdot \text{h}^{-1}$)

Introduction

Maîtriser la qualité de l'eau... Vaste défi aux enjeux vitaux.

L'eau est un bien précieux qui subit diverses pollutions et dégradations : les écosystèmes et la santé des personnes en sont directement impactés. Les pollutions présentes dans l'eau sont d'origines diverses : industrielle, domestique ou agricole.

Les procédés de traitement des eaux qui recueillent ces eaux usées sont composés de plusieurs phases, chacune traitant un type particulier de pollution (organique, chimique, minérale). De par ses excellentes performances, la phase de traitement biologique par boues activées représente la phase clé de la chaîne globale de traitement. Cependant, son fonctionnement repose sur le développement de populations bactériennes et est également le plus difficile à maîtriser : variations brutales des flux d'entrée et des quantités de pollution, conditions opératoires contraignantes, évolution non prévisible du comportement bactérien.

Ces dernières années, le développement d'outils de supervision et d'aide à la décision, motivé par l'intensification du fonctionnement des stations de traitement urbaines résultant de quantités d'effluents à traiter toujours plus importantes et du durcissement des réglementations, a été important. Ces outils intègrent généralement une analyse des données obtenues sur le procédé préalablement à leur transmission à l'opérateur.

Contrairement au cas des grande stations urbaines, les stations de traitement d'effluents papetiers associées à chaque usine font l'objet d'investissements beaucoup moins importants. De plus, elles doivent absorber une augmentation de la production et donc des rejets à traiter. Le peu de moyens mis à la disposition des opérateurs rend le suivi des procédés biologiques d'autant plus délicat. En outre, les spécificités des effluents papetiers, tant par leur composition que par la nature des événements de fabrication amont, rendent nécessaires l'adaptation des outils mis en place pour une application urbaine. La différence la plus immédiate est liée au type de pollution : les effluents papetiers ont une pollution presque exclusivement carbonée tandis que les effluents urbains ont aussi une pollution azotée.

La finalité de ce travail est de réaliser un outil d'aide à la décision permettant de résoudre à la fois le problème du manque de mesures et le problème du traitement des données dans un contexte industriel papetier. Les performances de cet outil reposent sur la pertinence des connaissances phénoménologiques qui seront incluses.

Afin de mener à bien ce projet, la collaboration très étroite et pluridisciplinaire Automatique - Génie des Procédés, au travers de deux laboratoires de l'INP Grenoble, le Laboratoire d'Automatique de Grenoble et le Laboratoire de Génie des Procédés Papetiers, a été renforcée. De plus, le soutien des Papeteries de Lancey a été décisif.

La première tâche a été de définir la démarche et les étapes nécessaires à la réalisation de cet outil. A cet effet, il est apparu primordial de s'affranchir des contraintes expérimentales industrielles : seule la maîtrise des conditions opératoires et une instrumentation suffisante permettent d'apporter une connaissance réelle au fonctionnement des stations de traitement des effluents papetiers. Aussi, un pilote de taille semi-industrielle a été conçu, réalisé et exploité.

En parallèle, des développements plus théoriques ont été effectués. Afin d'inclure le maximum de connaissances phénoménologiques, une modélisation de connaissance est menée. Seul un tel modèle, dont les paramètres ont une signification physique, pourra à la fois être transposable du pilote vers les stations de traitement réelles et s'appliquer à différents effluents papetiers.

Si les résultats du travail de recherche s'arrêtent à la validation d'un tel modèle, des solutions techniques pour réaliser l'ensemble du système avancé d'aide à l'opérateur sont proposées.

Ce travail est présenté en quatre chapitres :

- le premier chapitre a pour objectif de poser la problématique du traitement des effluents papetiers. Ce chapitre introduit d'abord les connaissances nécessaires à la compréhension de ce travail. Puis il aborde les problèmes du suivi de la qualité du traitement pour proposer la démarche de réalisation d'un système avancé d'aide à l'opérateur ;
- le second chapitre est consacré à la modélisation du procédé à boues activées. La démarche suivie pour la modélisation s'appuie sur la réduction d'un modèle de référence (ASM1). Disposant d'un simulateur urbain, un premier modèle réduit respectant le type de pollution urbaine a été développé. Cependant, une analyse de ce modèle a permis de montrer qu'il ne peut être utilisé pour l'effluent papetier. Ce qui amène à définir un modèle dédié exclusivement aux effluents papetiers ;
- le troisième chapitre est consacré au pilote conçu et développé pour obtenir un outil autonome et permettant de recréer les conditions opératoires des stations réelles. Différentes expérimentations de caractérisation de son fonctionnement sont présentées ;

- le quatrième chapitre est dédié à la validation du modèle papetier sur des données expérimentales. La constitution d'une base de données obtenues à partir du pilote alimenté en effluents réels à fait l'objet d'une attention particulière. Le modèle est ensuite validé.

Les résultats permettent de dégager les points forts de ce travail ainsi que de dégager des pistes pour des travaux ultérieurs.

Chapitre 1

Problématique du traitement des effluents papetiers

En proposant une description des procédés de traitement des effluents, et en particulier des effluents papetiers, ainsi que de la problématique associée à leur suivi, ce chapitre a pour objectif de définir le cadre de ce travail et d'apporter les connaissances nécessaires à sa compréhension.

La première partie définit la notion de pollution, la caractérisation des effluents ainsi que les étapes usuelles de traitement en mettant en évidence les spécificités liées aux effluents papetiers. Nous nous intéressons ensuite, dans une deuxième partie, à l'étape clé de la chaîne de traitement des effluents étudiée : le procédé à boues activées. Le procédé est d'abord abordé du point de vue microscopique (métabolisme des bactéries) puis de son fonctionnement macroscopique et enfin du dimensionnement du procédé lui-même.

Nous exposons dans la troisième partie la problématique du suivi du traitement des effluents papetiers. Après une description du suivi actuel, différents points durs sont décrits (influence des fluctuations des effluents papetiers sur la qualité de traitement, difficultés liées aux mesures – durée d'obtention des résultats, périodicité des mesures, constitution d'échantillons, bases de données,... – système de suivi). Enfin une démarche pour le développement d'un outil d'aide à la décision est proposée, démarche qui a guidé ce travail.

1. Les pollutions aqueuses et leur traitement

La synthèse présentée dans ces parties est issue de différents ouvrages : [Hadj-Sadock, 1999 ; Koller, 2004] en ce qui concerne la description de l'effluent et les moyens de traitement associés, [Edeline, 1988] pour le comportement de la biomasse et la description de son pouvoir épurateur, [Ramalho, 1983 ; Cardot, 1999 ; Degremont, 2005] pour le dimensionnement des stations de traitement et la description technique des différentes étapes du traitement.

1.1. Evaluation de la pollution

La plupart des effluents pollués sont des mélanges très complexes dont la composition varie suivant leur provenance industrielle, agricole ou urbaine. L'évaluation de la pollution est donc basée sur des classifications selon les propriétés globales de l'effluent.

La pollution se définit comme l'introduction dans un milieu naturel de substances provoquant sa dégradation. Les effets néfastes peuvent avoir lieu à tous les niveaux (sanitaire, écologique et économique). Ainsi, par exemple, les polluants sous forme particulaire provoquent entre autre une augmentation de la turbidité de l'eau et un envasement. La classification la plus immédiate de ces composés est de les répertorier en fonction de leur taille (tableau 1.1).

Classification	Diamètre des particules (μm)	Caractéristique	Exemple de composé
Soluble	< 0,08		Carbohydrates simples, acides aminés, acides gras volatils, protéines, polysaccharides (amidon, cellulose), ...
Colloïdale	0,08 - 1	Limite entre phase solide et soluble	Graisses, bactéries libres, débris cellulaires, ...
Supra-colloïdale	1 - 100	Matières fines en suspension, visibles à l'œil nu ; Contribue à la turbidité de l'eau	Fibres cellulosiques, agrégats lipidiques, floccs bactériens, macroprotéines, ...
Particulaire	> 100	Composés grossiers	

Tableau 1.1 : Classification des composés de l'effluent suivant leur taille (Source : [Sperandio, 1998]).

Une autre classification très importante est fondée sur la capacité des polluants à être dégradés. On distingue deux classes principales :

- Les matières biodégradables : elles sont dégradées par les micro-organismes, et peuvent être structurées en deux groupes :
 - o matières rapidement biodégradables : composées de substances solubles, elles sont directement assimilées par les bactéries ;
 - o matières lentement biodégradables : composées de substrats particuliers formés par un mélange de substances organiques solides, colloïdales et solubles. Ces matières sont soumises à certains processus intermédiaires avant d'être assimilées par les populations bactériennes.
- Les matières non biodégradables : ces substances inertes ne subissent aucun phénomène biologique de transformation. Elles peuvent être de nature aussi variée que des métaux lourds ou des composés issus de la mortalité des micro-organismes par exemple.

Les polluants nécessitant un traitement biologique sont d'une part les matières carbonées ou organiques biodégradables qui constituent de loin la première cause de pollution des ressources en eau et, d'autre part, les matières azotées qui sont principalement présentes dans les eaux usées urbaines ou industrielles de type agro-alimentaire. Leurs conséquences sur le milieu naturel sont :

- pour les matières carbonées ou organiques (qui ont la particularité commune de posséder au moins un atome de carbone), d'être polluantes lorsque leur quantité dépasse la capacité d'auto épuration naturelle du milieu récepteur. En effet, la dégradation de ces substances (oxydation par des micro-organismes) provoque une consommation d'oxygène au détriment des organismes aquatiques. Nous noterons également l'existence de matières inorganiques carbonées pouvant être dégradées ;
- pour les matières azotées qui sont des éléments nutritifs, d'entraîner la prolifération d'algues et de végétaux aquatiques, ce qui génère un phénomène d'eutrophisation. La présence de phosphates accélère ce phénomène d'eutrophisation.

La structure chimique des polluants permet de distinguer les matières organiques des matières inorganiques selon le tableau 1.2.

Classification	Caractéristique	Exemple de composé
Matière organique	Possède au moins un atome de carbone lié à un atome d'hydrogène	Hydrates de carbone, protéines, matières grasses, huiles, pesticides, phénols, azote organique...
Matière inorganique ou minérale	Ne contient pas de carbone	Métaux lourds, azote ammoniacal, nitrates et nitrites, phosphates, sulfates, chlorures, ...

Tableau 1.2 : Classification des composés de l'effluent suivant leur nature chimique (Source : (Hadj-Saddock, 1999)).

La caractérisation de ces composés au sein de l'effluent s'effectue grâce à des mesures globales de la pollution [Boudrant *et al.*, 1994] : les matières en suspension, les matières organiques et les composés azotés. Elles définissent un « équivalent » de la pollution commun à tous les composés de l'effluent. Ces caractéristiques sont également utilisées pour définir les seuils de rejet en milieu naturel (basés en grande partie sur la loi sur l'eau du 3 janvier 1992 (articles 2, 6, 35)) et ces termes sont couramment utilisés à la place de la matière qu'ils représentent. Le corollaire de ces mesures globales est une imprécision de principe puisque la même valeur numérique de mesure peut être obtenue par une infinité de combinaisons différentes.

Les matières en suspension

- Matières En Suspension (MES) : les MES représentent l'ensemble des matières solides et colloïdales floculées, organiques ou minérales, contenues dans une eau usée et pouvant être retenues par filtration ou centrifugation.
- Matières Volatiles Sèches (MVS) : les MVS représentent la partie organique des MES, la partie restante représentant les matières minérales. Cette partie organique comprend les particules de biomasse, vivante ou morte, ainsi que certaines particules organiques n'intervenant pas dans le processus de dépollution biologique.

Les composés organiques

- Demande Chimique en Oxygène (DCO) : cette mesure permet la quantification de l'ensemble des composés organiques, présents sous forme solide, colloïdale ou dissoute ainsi que celle des minéraux oxydables. Lorsque l'ensemble des composés est pris en considération, on parle de DCO totale (DCO_T) et lorsque seuls les composés solubles sont analysés, il s'agit de la DCO soluble (DCO_S). La différence entre ces deux mesures constitue la DCO particulaire (DCO_P).
- Demande Biochimique en Oxygène (DBO) la DBO permet de quantifier la matière organique, dissoute ou particulaire, pouvant être consommée par la biomasse dans un échantillon. Le résultat sera obtenu au bout d'une durée de 5 (DBO_5) ou 21 jours (DBO_{21}).

Les composés azotés

L'azote est présent dans les effluents sous différentes formes : azote organique (N_{org}), azote ammoniacal (ammoniac NH_3 , ion ammonium NH_4^+), nitrates (NO_3^-), nitrites (NO_2^-). Plusieurs analyses sont possibles :

- azote total : représente la somme de tous ces composés,
- azote Kjeldahl : généralement utilisée sur les sites urbains et industriels, cette mesure représente l'azote organique et l'azote ammoniacal,
- azote ammoniacal,
- nitrates,
- nitrites.

Les protocoles expérimentaux utilisés pour réaliser ces mesures sont indiqués en annexe A.1.

1.2. Les effluents papetiers

L'industrie papetière se classe au troisième rang mondial pour l'utilisation d'eau (classiquement de 5 à 20 m³ par tonne de papier produit) et représente l'une des industries rejetant la plus grande quantité d'effluent [Thompson et Forster, 2003]. Etant donné le durcissement régulier de la législation sur les seuils de rejets autorisés en milieu naturel, les industriels accordent de plus en plus d'attention au traitement de ces effluents. Par ailleurs, le recyclage du papier pose également des problèmes environnementaux qui ne seront pas abordés dans ce travail.

1.2.1. La fabrication du papier

Le papier, inventé en Chine au premier siècle de notre ère, peut être défini comme une feuille ou un tissu continu composé essentiellement de fibres ou éléments de fibres qui sont généralement d'origine végétale. Actuellement, la principale matière fibreuse est le bois. Toutefois, le papier peut également être fabriqué à partir de paille, d'herbe, de bambou, de roseau,...

La première étape de fabrication est la production de pâte à papier. Celle-ci peut être de différents types suivant le procédé de production adopté. Nous trouvons ainsi principalement la pâte mécanique (décomposition du bois en fibres grâce à un défibreur), la pâte chimique (transformation du bois sous l'action d'agents chimiques à température et pression importantes : les procédés kraft et au sulfite sont couramment employés), la pâte chimicomécanique CMP (action chimique complétée par une action mécanique) et la pâte thermomécanique TMP (matériaux bruts étuvés avant et pendant le défibrage) [Valette et de Choudens, 1992]. Chacune de ces pâtes possède des caractéristiques différentes (type de fibres obtenues, résistance, rendement du processus de fabrication, couleur,...). Les fibres contenues dans la pâte sont ensuite dispersées dans l'eau et travaillées afin d'obtenir les caractéristiques papetières désirées (ajout de différents composés chimiques : éclaircissant, craie, dioxyde de titane,...).

Le papier est ensuite obtenu à l'issue de trois phases successives [Valette et de Choudens, 1992] :

- la fabrication du matelas fibreux : un jet de suspension fibreuse est envoyé sur une toile, les fibres se déposent alors constituant un réseau, l'eau libre est évacuée à travers la toile à la fois sous l'effet de la pesanteur et par aspiration mécanique (siccité de 20 à 25%);
- le pressage dont le but est de retirer le maximum d'eau de la feuille mécanique (siccité de 40 à 50%);
- et enfin le séchage qui permet d'évaporer l'eau par passage de la feuille sur des cylindres chauffés à la vapeur (siccité de 92 à 98%).

La finition du papier dépend ensuite des objectifs d'utilisation de celui-ci. En fin de fabrication, le papier a donc une teneur moyenne en eau de 5%. Une partie importante de l'eau recueillie durant le processus de fabrication est dénommée « eaux blanches ». Afin de minimiser les quantités d'eau fraîche utilisée et d'effluent à traiter, les industriels utilisent de plus en plus cette eau dans la chaîne de

fabrication dans une démarche de fermeture des circuits [Bédard *et al.*, 2001 ; Jacob *et al.*, 2002]. En contrepartie, la concentration des différents polluants augmente au sein de l'effluent mais également de la chaîne de production ce qui peut entraîner une dégradation de la qualité du papier produit.

Le site industriel papetier choisi pour l'application de notre étude, les Papeteries de Lancey, est une industrie de taille moyenne pour la France (120000 tonnes de papier produit par an), regroupant l'ensemble des étapes de fabrication. La pâte mécanique est ainsi fabriquée sur place à partir de rondins de bois, des compléments de pâte chimique étant directement achetés. Cette industrie fabrique du papier couché jusqu'à l'emballage des bobines en passant par les étapes de pressage, couchage, séchage, finition, découpe et conditionnement des produits. Une description plus détaillée de cette production est proposée en annexe B.1.

1.2.2. Caractéristiques d'un effluent papetier

La figure 1.1 présente les différents matériaux impliqués dans la fabrication du papier et les types de matières rejetées. Ce schéma met en évidence l'extrême variabilité en composition de l'effluent dépendant fortement des matières premières (bois, papier recyclé,...), du procédé de fabrication (huiles, corrosion), des additifs,... Plus de 250 produits chimiques ont par exemple été référencés au sein de ces effluents [Tambosi *et al.*, 2006].

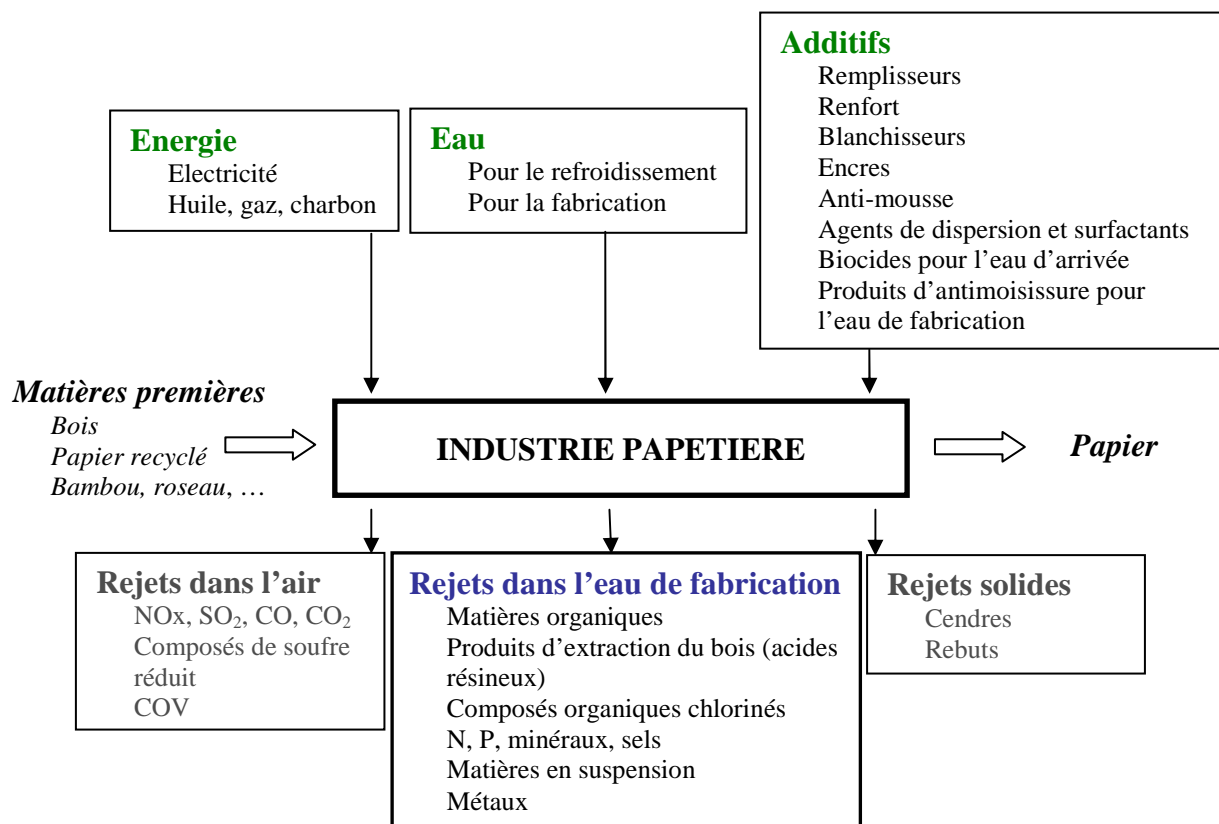


Figure 1.1 : Matériaux impliqués dans la fabrication du papier et matières rejetées (Source : [Lacorte *et al.*, 2003]).

Les principaux éléments polluants des effluents papetiers sont les fibres, les résines et composés dissous du bois (la lignine) ainsi que les charges (kaolin, talc, carbonate de calcium, dioxyde de titane, latex, azurants, colorants). D'un point de vue chimique, les additifs insérés lors du procédé de fabrication sont principalement de l'amidon modifié, des minéraux organiques, des polymères synthétiques, ... Ces additifs sont présents en quantité importante dans les eaux de rejet. De nombreux minéraux et composés métalliques sont également présents au sein des effluents, ils proviennent principalement du bois, de la corrosion de l'équipement et des composés chimiques utilisés. Les composés les plus couramment rencontrés sont le calcium, le sodium, l'aluminium, le manganèse, le magnésium, le fer et le potassium.

Les principales caractéristiques des effluents en fonction de leur origine sont présentées dans le tableau 1.3. Par rapport à l'effluent d'origine urbaine, l'effluent papetier présente une charge beaucoup plus importante en matières en suspension (MES et MVS) et en composés organiques (DBO et DCO). Contrairement à l'urbain, ces effluents ne contiennent que très peu de matières azotées ce qui oriente le traitement biologique vers la dégradation des composés organiques biodégradables. La distinction entre la fabrication de pâtes à papier et celle du papier montre que la concentration en polluants peut être beaucoup plus importante pour les procédés de fabrication de pâtes à papier. Enfin, pour les Papeteries de Lancey, les caractéristiques de l'effluent (issu de la râperie, de la formation de la feuille et du poste de couchage) sont proches du milieu de gamme pour la fabrication du papier. Le choix de cette papeterie comme support de l'étude apparaît donc pertinent.

		MES (mg.L ⁻¹)	MVS (mg.L ⁻¹)	DCO _T (mg _{O2} .L ⁻¹)	DBO ₅ (mg _{O2} .L ⁻¹)	N _{Kjeldahl} (mg _N .L ⁻¹)
Urbain	Effluent urbain [Thomas, 1995 ; Copp, 2002 ; Canler et Perret, 2004]	250 – 600	120 – 400	200 – 1200	100 – 500	50 – 100
	Fabrication de pâtes [Dilek and Gokcay., 1994 ; Bajpai, 2000 ; Rohella <i>et al.</i> , 2001]	1000 - 8000	0 - 800	1200 – 10000	150 - 5000	-
Papetier	Fabrication du papier [Gupta, 1997 ; Dutta, 1999 ; Bajpai, 2000]	1800 – 4200	500 – 1400	700 – 6000	170 – 1600	10 – 20
	Papeteries de Lancey	2610	870	2510	690	12

Tableau 1.3 : Caractérisation de l'effluent brut en fonction de son origine

1.2.3. Impact des événements de la chaîne de fabrication sur l'effluent

De la même manière que les effluents urbains sont soumis aux aléas météorologiques pouvant faire varier leur composition et leur débit, les effluents papetiers connaissent des fluctuations importantes dues pour leur part aux aléas de la fabrication. Certains événements tels que la modification de production et les nettoyages sont programmés mais d'autres se produisent de manière

imprévue : panne machine, casses-papier entraînant alors relarguages de produits, arrêts, relances de production,... Les conséquences de ces événements sur l'effluent d'entrée de station de traitement sont très variables comme le montre le tableau 1.4 qui prend l'exemple des événements rencontrés aux Papeteries de Lancey. La concentration des matières polluantes au sein de l'effluent est principalement touchée mais ces événements de production peuvent également agir sur le pH ou le débit. Il est également à noter que pour deux événements de même type (casse-machine par exemple), l'impact sur l'effluent pourra être tout à fait différent sans pour autant être prévisible du fait des interactions entre la machine mise en cause, le type de papier produit lors de la casse, la durée de l'arrêt.

Evènement sur le procédé de fabrication	Influence sur l'effluent
arrêts techniques pour maintenance (vidange de cuvier)	augmentation des MES, DCO, DBO ₅ , pH et débit
casse-machine	suyant la casse : aucune influence ou augmentation des MES, DCO, DBO ₅
changements de production	difficile à déterminer

Tableau 1.4 : Influence des événements de la chaîne de fabrication du papier sur l'effluent.

1.3. Les grandes étapes du traitement

Nous venons de voir que la composition d'une eau usée est très diversifiée suivant son origine et chaque installation est par conséquent conçue pour répondre à un besoin spécifique. Les technologies utilisées se développent et se perfectionnent constamment par la recherche de technologies ou de procédés nouveaux et par la mise en place de nombreux automatismes. Les quatre étapes principales du traitement sont détaillées sur la figure 1.2 et décrites dans les paragraphes suivants.

1.3.1. Le pré-traitement

Le pré-traitement a pour objectif l'extraction des matières les plus grossières (brindilles, feuilles,

tissus, ...) et des éléments susceptibles de gêner les étapes ultérieures du traitement. Il comprend :

- le dégrillage : pour retenir les déchets volumineux à l'aide d'une succession de grilles (2 à 4) de plus en plus fines. Les résidus recueillis sont déposés en décharge ;
- le dessablage : pour prévenir les dépôts dans les canalisations, protéger les organes mécaniques (pompes) contre l'abrasion et éviter de perturber les autres étapes de traitement. Les sables, recueillis généralement par raclage en fond de bassin, sont recyclés ;
- le dégraissage-déshuilage : pour éviter l'encrassement de la station par des corps gras. Effectuée dans le même bassin que l'étape de dessablage, la récupération des graisses et huiles se fait en surface. Les composés collectés seront alors incinérés (cas du traitement d'un effluent urbain) ou recyclés pour la fabrication de savons ou détergents (cas de certains effluents industriels) en fonction de leur qualité.

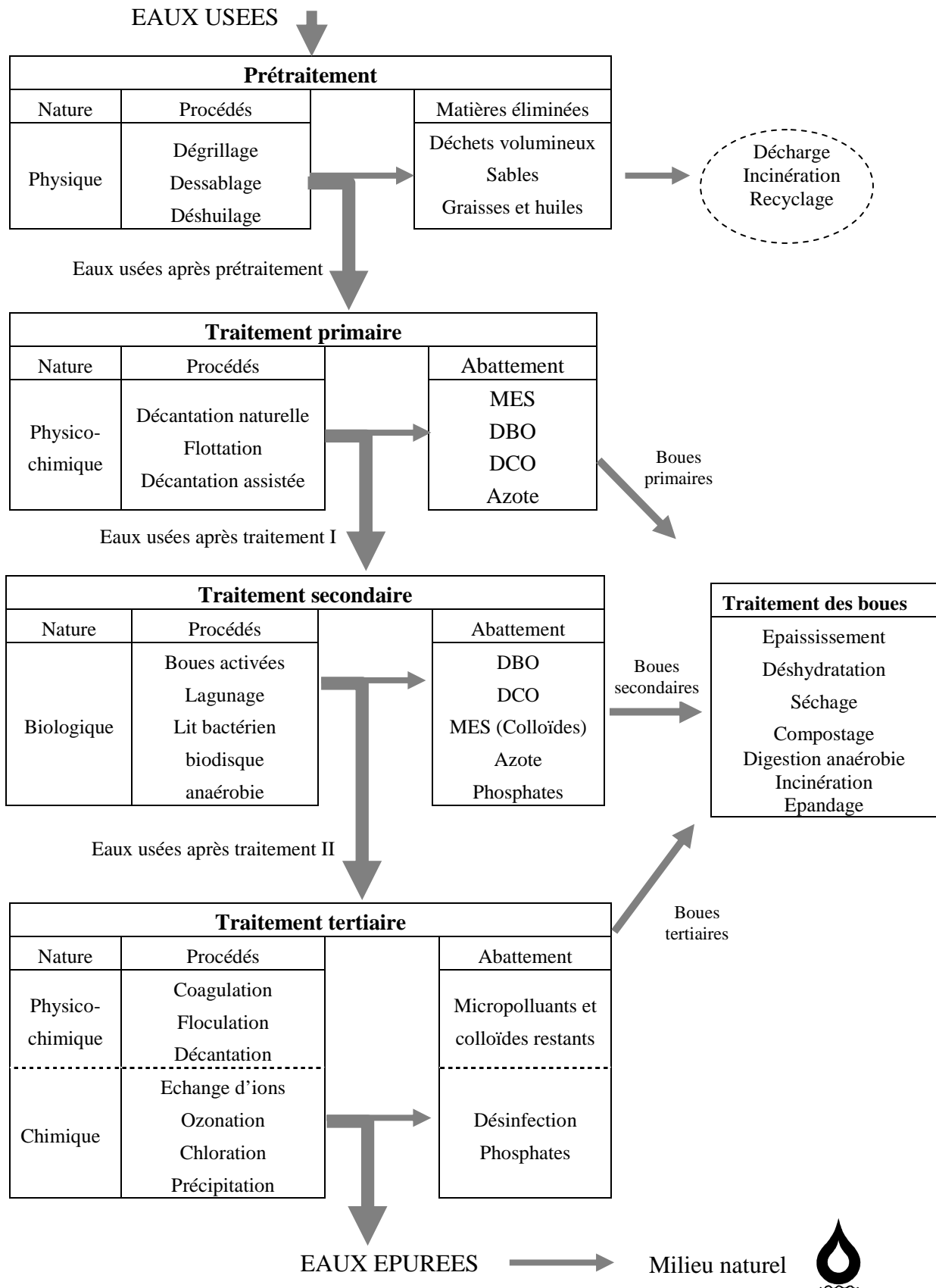


Figure 1.2 : Etapes d'une filière de traitement des eaux (Source : [Hadj-Sadok, 1999]).

1.3.2. Le traitement primaire

Le traitement s'effectue par voie physico-chimique avec pour but d'extraire le maximum de matières en suspension et de matières organiques facilement décantables. Trois voies de traitement sont possibles :

- la décantation (processus physique) : le principe de séparation solide-liquide est la pesanteur, les matières en suspension ou colloïdales tendent à se séparer du liquide par sédimentation ;
- la flottation (processus physique) : par opposition à la décantation, la flottation est un procédé de séparation solide-liquide ou liquide-liquide qui s'applique à des particules dont la masse volumique réelle ou apparente (flottation assistée) est inférieure à celle du liquide qui les contient ;
- la décantation associée à l'utilisation d'un coagulant- flocculant (voie physico-chimique) : le principe est ici de favoriser l'agrégation des molécules en suspension grâce aux techniques de coagulation et de floculation de façon à augmenter la sédimentation grâce à l'obtention de floccs plus gros.

Durant la phase de traitement primaire, une quantité importante de la pollution totale est éliminée (abattement des Matières En Suspension pouvant atteindre 90 % et de la Demande Biochimique en Oxygène de l'ordre de 35 % [Cardot, 1999]). La DCO et la concentration en azote peuvent également être réduits durant cette phase de traitement. Les matières solides extraites représentent ce que l'on appelle les boues primaires.

1.3.3 Le traitement secondaire

Le traitement secondaire a pour objectif principal l'élimination des composés solubles d'origine organique. Parallèlement, la floculation de la biomasse permet de piéger les matières en suspension restant à l'issue du traitement primaire.

Le principe de ce traitement est de mettre en contact la matière organique contenue dans les eaux usées avec une population bactérienne. Celle-ci assimile alors la matière organique pour son propre développement. Ces dispositifs permettent d'intensifier et de localiser sur des surfaces réduites les phénomènes de transformation et de dégradation des matières organiques tels qu'ils se produisent en milieu naturel. Ils sont la reconstitution d'un écosystème simplifié et sélectionné faisant intervenir une microfaune de bactéries, de protozoaires et de métazoaires.

Deux grandes familles peuvent être distinguées : les procédés à cultures fixes (micro-organismes fixés sur des supports) et les procédés à culture libre (micro-organismes maintenus en suspension dans le mélange à épurer). Plusieurs techniques sont associées à chacune de ces familles, le choix de l'une ou l'autre est fonction de l'emplacement disponible pour le procédé de traitement, de la

charge de l'effluent, de la quantité de pollution à traiter. Nous pouvons citer les plus courantes [Satin et Belmi, 1999 ; Degrémont, 2005] :

- le lit bactérien ou granulaire (culture fixe) : ruissellement de l'eau à traiter sur le support, ne nécessite pas de clarificateur en ce qui concerne le lit granulaire, coûts de fonctionnement faibles, rendement moyen pour un lit bactérien et bon pour un lit granulaire, chocs toxiques supportés, fonctionnement stable, risque de colmatage ;
- les biodisques (culture fixe) : biomasse fixée sur des disques tournants au sein du mélange à traiter, coûts de fonctionnement faibles, efficace à faible charge uniquement, sensible aux conditions climatiques (lessivage du biofilm par la pluie) ;
- le lagunage (culture libre) : concentration faible en organismes épurateurs, de la dimension d'un étang, utilisé lorsque de grands espaces sont disponibles, coûts de construction et de fonctionnement faibles, rendement élevé, fonctionnement relativement stable ;
- les boues activées (culture libre) : traitement en deux phases, contact de la biomasse et de l'eau usée dans un réacteur puis séparation des solides de la phase liquide épurée par décantation. Le processus d'épuration par boues activées est le plus répandu (60 % des unités de dépollution en France [Cardot, 1999]). Son développement est dû à ses excellentes performances de dépollution (rendement supérieur à 95 %) par rapport aux autres procédés existants. En contrepartie, suivant le type d'effluents à traiter, ce procédé peut être difficile à maîtriser notamment pour le traitement de l'azote et du phosphore ou en cas de variations importantes des flux à traiter.

1.3.4. Les traitements tertiaires

La législation sur les seuils de rejet en milieu naturel se durcissant régulièrement, de nombreuses études sont menées afin de proposer des traitements tertiaires permettant d'éliminer les composés restant après le traitement secondaire. En papeteries [Kwon *et al.*, 2004 ; Temmink et Grolle, 2005], ces composés peuvent être des métaux, des composés organiques non-biodégradables ou encore des odeurs apparues durant le traitement secondaire. Ils sont généralement éliminés par ozonation, coagulation / floculation, filtration par membrane ou encore adsorption (carbone activé ou échange d'ions). Leur rendement est en général très satisfaisant puisque ces procédés permettent d'abattre de 75 à 95% de la DCO restante après le traitement secondaire, jusqu'à 97% des composés aromatiques et 98% de la couleur.

1.3.5. Le traitement des boues

Les techniques actuelles d'épuration des eaux usées domestiques ou industrielles, ainsi que les seuils de rejet de plus en plus exigeants et les quantités à traiter de plus en plus grandes, entraînent, au cours des différentes phases de traitement, une importante production de boues. Les boues contiennent en général 95 % à 98 % d'eau. Les traitements imposés aux boues s'effectuent classiquement en différentes étapes : épaissement, digestion anaérobie, déshydratation, séchage et valorisation. La

valorisation est soit agricole (épandage direct ou compostage), soit énergétique (incinération, digestion anaérobie).

1.3.6. Efficacité du traitement d'un effluent papetier

Le traitement des effluents papetiers s'effectue majoritairement par la méthode classique présentée ci-dessus : un traitement primaire physico-chimique suivi d'un traitement secondaire biologique. Le traitement primaire est effectué par sédimentation ou flottation. Il permet la suppression de plus de 80% des MES mais n'a que peu d'action sur la matière organique (DCO, DBO). Le traitement par boues activées est le procédé le plus couramment employé pour la phase de traitement secondaire. D'autres procédés tels que le lagunage ou encore les bioréacteurs à membrane sont utilisés mais de manière plus ponctuelle [Pokhrel et Viraraghavan, 2004]. Le traitement secondaire biologique permet d'éliminer la majorité des composés organiques biodégradables (jusqu'à 90% de la DCO et 99% de la DBO [Thompson *et al.*, 2001]) mais ne permet pas de traiter les composés métalliques Na, K et Ca. En revanche, il permet de diminuer la concentration en Fe, Mn, Zn et Cu. Ces derniers étant présents principalement sous forme particulaire, ils sont éliminés avec les boues secondaires [Zhang et Hynninen, 2000].

2. Le traitement secondaire à boues activées

Le principe du procédé à boues activées repose sur le constat suivant : un effluent, dans lequel on insuffle de l'air, est le lieu du développement progressif d'une flore bactérienne et cela au détriment des matières organiques polluantes appelées substrat. Après avoir détaillé les processus bactériens mis en jeu, nous présenterons la chaîne de traitement ainsi que les caractéristiques de fonctionnement.

2.1. Les boues activées à l'échelle microscopique

2.1.1 Microfaune et microflore

La faune et la flore bactérienne, appelées encore biomasse, représentent l'ensemble des êtres vivants, animaux et végétaux, qui sont présents dans le milieu considéré. Les bactéries sont les actrices principales du traitement mais les autres formes biologiques gravitant autour d'elles (protozoaires, métazoaires,...) sont indispensables au bon équilibre de l'écosystème. Les espèces varient suivant le type de station de traitement et sont caractéristiques du fonctionnement d'une station [Pujol *et al.*, 1990 ; Canler *et al.*, 1999]. Entre toutes ces espèces se créent alors des relations de compétition,

certaines vont se développer plus facilement au détriment d'autres qui resteront minoritaires ou tendront à disparaître.

Les propriétés acides ou basiques du milieu peuvent en particulier donner lieu à des développements préférentiels. Chaque type de bactérie est caractérisé par un pH « optimal » qui conviendra le mieux à sa croissance et à son développement. Il existe par conséquent des limites inférieure et supérieure de pH au-delà desquelles la bactérie ne peut pas se développer. Pour le traitement de la majorité des effluents, un pH neutre doit être maintenu.

Les bactéries utilisées dans les procédés à boues activées sont classées en deux catégories :

- les bactéries hétérotrophes pouvant se développer en milieu aéré (aérobie) ou non aéré (anoxique) : elles utilisent du carbone organique comme substrat et, selon leur type et le milieu considéré, peuvent dégrader la matière carbonée ou les nitrates-nitrites ;
- les bactéries autotrophes ne se développant qu'en milieu aéré (aérobie) : elles utilisent du carbone minéral (CO₂) comme substrat, elles ne dégradent pas les matières carbonées mais permettent d'éliminer les composés azotés.

2.1.2 Les éléments nécessaires au développement des micro-organismes

Le terme « substrat » désigne les substances constituant la nourriture nécessaire au développement des micro-organismes, les composés organiques à dégrader représentant la majorité de ces substances. Si le substrat n'est pas sous une forme directement assimilable par la bactérie, il sera hydrolysé à l'extérieur de la cellule bactérienne par des exoenzymes.

L'azote ammoniacal et les phosphates sont utilisés en tant que nutriments car ils entrent dans la composition des composés cellulaires (protéines, membrane cellulaire, ADN). L'oxygène dissous est également indispensable au développement des bactéries aérobies. Suivant la composition de l'effluent à traiter, il sera nécessaire de rajouter l'un ou plusieurs de ces composants afin de favoriser le métabolisme des bactéries. C'est le cas des effluents papetiers particulièrement pauvres en matières azotées contrairement aux effluents urbains.

2.1.3 Les processus métaboliques

La connaissance de ces processus métaboliques est essentielle car elle permet d'expliquer les phénomènes observés d'un point de vue macroscopique. Le métabolisme de la cellule bactérienne se divise en trois processus (figure 1.3) :

- le catabolisme correspondant au processus de fragmentation des substances nutritives en éléments plus simples (pyruvate). Il représente l'ensemble des réactions d'oxydation et de dégradation enzymatique. C'est une activité exothermique qui libère l'énergie qui servira à la croissance cellulaire et à l'entretien de la cellule ;

- l'anabolisme représentant l'ensemble des réactions de synthèse des constituants cellulaires. C'est une activité endothermique qui utilise l'énergie libérée par les processus de catabolisme pour développer la croissance cellulaire et la division cellulaire ;
- la respiration endogène représentant l'étape d'oxydation des composés cellulaires. Leur dissociation en produits résidus (matières carbonée, azotée) permet de satisfaire les besoins des cellules vivantes en cas de carence en substrat.

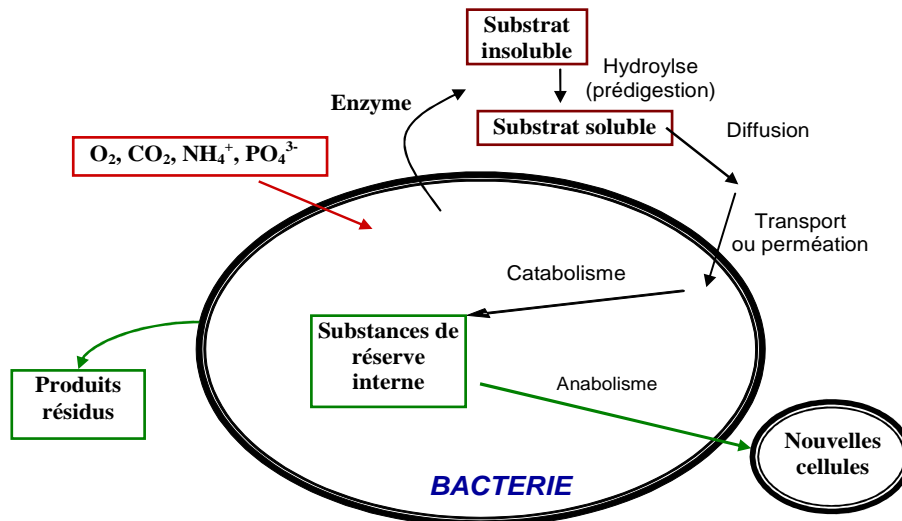


Figure 1.3 : Métabolisme d'une bactérie hétérotrophe ou autotrophe.

Les réactions de catabolisme et d'anabolisme sont très générales et sont, en fait, constituées de plusieurs réactions élémentaires. C'est la raison pour laquelle on préfère s'intéresser directement aux réactions aboutissant à la réduction de la teneur en matières polluantes et engendrant la croissance des bactéries sans faire de distinction entre catabolisme et anabolisme. Cinq réactions principales sont répertoriées :

- **l'hydrolyse des chaînes complexes de matière organique biodégradable** : série de réactions enzymatiques extra-cellulaires appliquées aux substances absorbées (matières organiques colloïdales et azote organique particulaire) et qui ont lieu à la surface des micro-organismes. Les molécules organiques complexes sont converties en molécules plus simples qui peuvent pénétrer dans la cellule par perméation ou transport ;
- **l'oxydation de la matière organique biodégradable** (croissance des bactéries hétérotrophes en phase aérobie) : une partie des matières absorbées par les micro-organismes est utilisée pour fournir l'énergie nécessaire afin d'accomplir leur fonction biologique ;
- **l'ammonification** : première étape de la dégradation des déchets azotés organiques. L'azote organique est converti en ammoniac (NH_4^+ et NH_3) par réaction chimique, cette réaction chimique est complète en milieu boues activées ;

- **la nitrification** (croissance des bactéries autotrophes en phase aérobie) : en environnement aérobie, les bactéries autotrophes *Nitrosomonas* et *Nitrobacter* transforment l'azote ammoniacal (NH_4^+) en présence d'oxygène pour se développer et produire des nitrites (NO_2^-) puis des nitrates (NO_3^-) ;
- **la dénitrification** (croissance de bactéries hétérotrophes en phase anoxique) : en environnement anoxique, certaines bactéries hétérotrophes consomment les nitrates, à la place de l'oxygène, et le carbone pour se développer et produire de l'azote gazeux (N_2) ;
- **la mort cellulaire** : une fraction des produits de mortalité est biodégradable (matière organique colloïdale ou azote organique particulaire) et entre alors dans la boucle de dégradation des composés, l'autre partie représente les résidus endogènes inertes.

Les figures 1.4 et 1.5 présentent les dégradations respectives de la matière organique biodégradable et de l'azote organique au travers de ces différentes réactions.

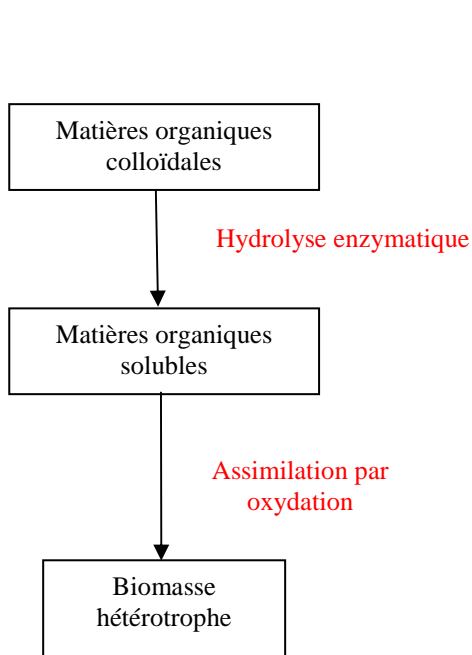


Figure 1.4 : Mécanisme de dégradation des matières organiques biodégradables dans les procédés biologiques (d'après [Cardot, 1999]).

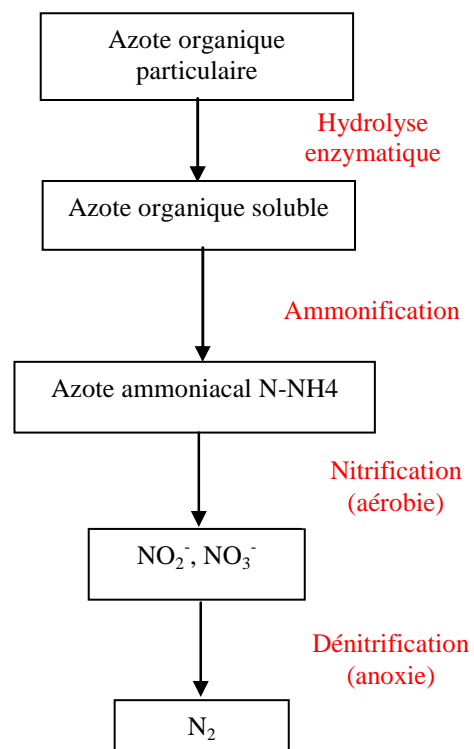


Figure 1.5 : Mécanisme de dégradation des matières azotées dans les procédés biologiques.

2.2 Le fonctionnement du procédé à boues activées

Le procédé de traitement est dit « à boues activées » car l'ensemble des conditions favorables à une activité maximale des bactéries est mis en œuvre : un apport en oxygène suffisant, un apport en nutriment si l'effluent ne contient pas tous les composés nécessaires au développement des bactéries, une agitation permanente afin de favoriser le contact entre bactéries et pollution, une concentration élevée en bactérie pour augmenter l'efficacité du traitement. La chaîne de traitement est composée d'un bioréacteur, d'un clarificateur et d'une boucle de recyclage des boues (figure 1.6).

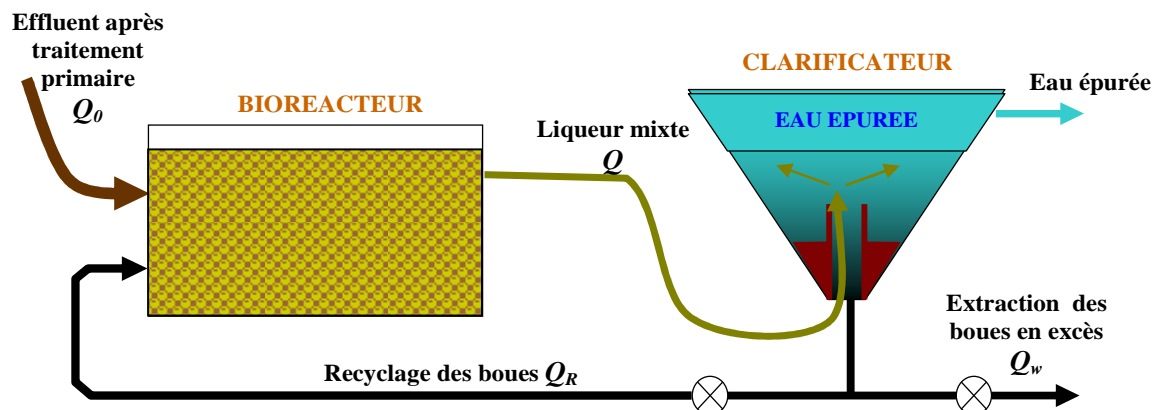


Figure 1.6 : Schéma de principe du procédé de traitement secondaire.

Le bioréacteur

Le mélange, appelé "liqueur mixte", se compose d'une phase solide (micro-organismes, débris organiques, matières minérales) et d'une phase liquide contenant les matières dissoutes. Pour éliminer la matière azotée, le réacteur biologique peut être séparé en deux zones distinctes aérobie et anoxique (figure 1.7). Dans la majorité des cas, la zone anoxique est placée en amont de la zone aérobie, juste à l'entrée de l'effluent dans le réacteur, pour que les bactéries aient suffisamment de matière organique biodégradable pour effectuer la réaction de dénitrification. Le recyclage de la liqueur mixte de la zone aérobie vers la zone anoxique permet l'élimination des polluants azotés oxydés. Pour n'éliminer que la matière organique (cas de l'effluent papetier), seule une zone aérobie est nécessaire (figure 1.7).

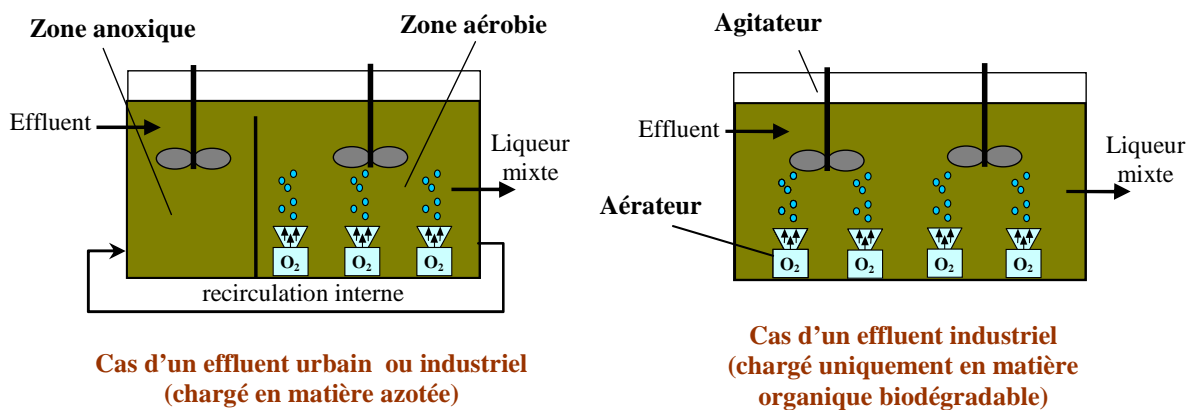


Figure 1.7 : Configuration du réacteur en fonction de la composition de l'effluent.

Le clarificateur

En sortie de réacteur, nous obtenons une liqueur mixte composée de boues flocculées et d'eau épurée prête à être rejetée en milieu naturel. Elles sont séparées au sein du clarificateur qui a une fonction de séparation de phase et une fonction d'épaississement afin de ramener la boue la plus concentrée possible dans le réacteur biologique. Du fait de l'absence d'oxygène, le temps de passage des boues doit être le plus faible possible pour éviter qu'elles ne se trouvent en phase anaérobie. Ceci aurait pour conséquence l'apparition d'odeurs ainsi qu'une détérioration de la qualité mécanique de la boue perturbant tant le traitement biologique de l'eau que le traitement ultérieur des boues.

Le recyclage des boues

La croissance de la biomasse au sein du bioréacteur n'est pas suffisante pour compenser la perte engendrée par le débit de sortie de la liqueur mixte. Pour conserver une concentration en biomasse constante dans le réacteur, une partie des boues du clarificateur est recyclée vers le réacteur. Des purges ont également lieu afin d'extraire la quantité de boues en excès dans le procédé. Les taux de recyclage et de purge permettent également de maîtriser l'âge des boues, θ_c , temps au bout duquel la biomasse est entièrement renouvelée. Ce temps caractérise la forme physiologique de la biomasse dans le réacteur mais aussi la composition de celle-ci. Prenons l'exemple du traitement de la matière azotée : les bactéries autotrophes responsables de la réaction de nitrification ne seront présentes que si l'âge des boues est supérieur à 6 jours (pour une liqueur mixte à 20 °C), leur temps de duplication étant de 4 jours.

2.3 Caractéristiques de fonctionnement

2.3.1 Définitions

Les caractéristiques usuelles de fonctionnement sont définies ci-dessous. Elles seront utilisées pour dimensionner le pilote (chapitre 3).

La charge volumique C_V

Encore appelée charge organique, elle représente la masse de pollution arrivant chaque jour sur la station par unité de volume de réacteur. Son expression est :

$$C_V = \frac{Q_0 \cdot DBO_5}{V} \quad (\text{kg}_{\text{O}_2} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{j}^{-1}) \quad \text{Eq. 1.1}$$

où Q_0 ($\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$) est le débit journalier d'eau brute à traiter.

DBO_5 ($\text{kg}_{\text{O}_2} \cdot \text{m}^{-3}$) est la Demande Biologique en Oxygène de l'effluent à cinq jours.

V (m^3) est le volume du réacteur

La charge massique C_m

Appelée également charge de boues, elle correspond au rapport entre la charge volumique et la concentration en biomasse dans le réacteur. Son expression est :

$$C_m = \frac{C_V}{MVS} = \frac{Q_0 \cdot DBO_5}{V \cdot MVS} \quad (\text{kg}_{\text{O}_2} \cdot \text{kg}_{\text{MVS}}^{-1} \cdot \text{j}^{-1}) \quad \text{Eq. 1.2}$$

Les procédés sont classés en trois catégories différentes suivant leurs valeurs de charges volumique et massique (tableau 1.5). L'élimination de la seule pollution organique biodégradable permet de fonctionner à moyenne ou forte charge. En revanche, les performances actuelles exigées pour le traitement de l'azote et du phosphore nécessitent des installations à faible charge. Les rendements épuratoires dépendent donc de la charge de l'installation.

Classe du procédé	Charge volumique C_V ($\text{kg}_{\text{O}_2} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{j}^{-1}$)	Charge massique C_m ($\text{kg}_{\text{O}_2} \cdot \text{kg}_{\text{MVS}}^{-1} \cdot \text{j}^{-1}$)
Aération prolongée	< 0,3	< 0,07
Faible charge	0,3 - 0,4	0,07 - 0,15
Moyenne charge	0,5 - 1,5	0,15 - 0,4
Forte charge	1,5 - 3	> 0,4

Tableau 1.5 : Classification du procédé en fonction de C_V et C_m (Source : [Alexandre et al., 1997 ; Grandjean, 2006]).

Le temps de passage

Le temps de passage, noté t_s , représente le temps nécessaire pour qu'une goutte de liquide traverse le réacteur, c'est une caractéristique hydraulique du réacteur. Il intègre donc l'ensemble des débits transitant dans le réacteur. Le temps de passage est égal au temps de séjour moyen pour un réacteur ne comprenant pas de court-circuit ou de zone morte. Il est défini par :

$$t_s = \frac{V}{Q} \quad (\text{j}) \quad \text{Eq. 1.3}$$

où V est le volume du réacteur (m^3).

Q est la somme des débits traversant le réacteur (débit de l'effluent, de recyclage, d'ajout des nutriments,...) ($\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$).

Le « temps de passage fictif » basé sur le débit d'entrée de l'effluent

Contrairement au temps de passage défini précédemment, « ce temps de passage fictif », noté θ_t , ne prend en compte que le débit de l'effluent entrant en station [Alexandre et al., 1997]. Il est couramment employé dans la littérature ou sur site industriel pour caractériser une station de traitement mais sans représenter toutefois le temps réellement passé par l'effluent dans le réacteur biologique. Il n'est donc présenté ici que comme critère de comparaison de différents sites de

traitement. Il varie de 4 à 5 jours dans les bassins à aération prolongée à quelques heures seulement dans les bassins à forte charge. L'expression du « temps de passage fictif » est :

$$\theta_t = \frac{V}{Q_0} \quad (\text{j}) \quad \text{Eq. 1.4}$$

où Q_0 est le débit de l'effluent en entrée de station ($\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$).

L'âge des boues

L'âge des boues, noté θ_c , caractérise la « forme physiologique » des boues dans le bassin d'aération. Il représente le rapport entre la masse de boues présente dans l'aérateur et la vitesse d'extraction des boues par le système de purge.

$$\theta_c = \frac{M}{\frac{\Delta M}{\Delta T}} \quad (\text{j}) \quad \text{Eq. 1.3}$$

où M est la masse de biomasse présente dans le système ($M = MVS \cdot V$) (kg_{MVS})

$\frac{\Delta M}{\Delta T}$ est la vitesse d'extraction des boues ($\text{kg}_{\text{MVS}} \cdot \text{j}^{-1}$)

Le taux de recyclage

Le taux de recyclage, noté r , représente le rapport entre le débit de recyclage et le débit d'entrée de l'effluent en station.

$$r = \frac{Q_R}{Q_0} \quad \text{Eq. 1.4}$$

Il conditionne le volume occupé et le temps de passage de la boue dans le clarificateur. Ce coefficient est généralement compris entre 1 et 1,5.

2.3.2 Application à une station de traitement d'un effluent papetier

Le tableau 1.6 regroupe les caractéristiques de fonctionnement habituellement rencontrées sur les stations traitant les effluents papetiers [Thompson *et al.*, 2001]. Elles fonctionnent principalement à moyenne charge et ont un temps de passage fictif relativement court par rapport au cas urbain pour lequel le temps de passage fictif est d'au minimum une journée. Les caractéristiques de la station de traitement des Papeteries de Lancey sont proches du milieu de chaque intervalle, ce qui confirme l'intérêt de considérer cette station comme étant représentative des industries papetières.

Caractéristiques	Intervalle classiques des stations papetières	Papeteries de Lancey
Charge volumique C_V ($\text{kgO}_2 \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{j}^{-1}$)	0,5 – 1,4	0,73
Temps de passage fictif θ_l (j)	0,25 – 2,1	0,75
Age des boues θ_c (j)	5 – 30	13
Concentration en oxygène dissous ($\text{mgO}_2 \cdot \text{L}^{-1}$)	1 – 5	3

Tableau 1.6 : Caractéristiques de fonctionnement des traitements par boues activées d'effluents papetiers (Source : [Thompson et al., 2001], Papeteries de Lancey).

3. Le suivi d'une station de traitement des effluents papetiers

3.1. Le suivi actuel

Le suivi d'une station s'effectue à quatre niveaux différents :

- les mesures en ligne (pH, température, débits, concentration en oxygène dissous) et les mesures hors ligne réalisées quotidiennement (DCO, MES, azote ammoniacal, phosphates) ou de manière hebdomadaire (DBO_5) sur des échantillons moyennés en entrée et sortie de station;
- les boucles de contrôle sur le système d'aération, de pH ou sur les pompes chargées du cycle de recyclage / extraction (commande PID, ouverture tout ou rien, ...) ;
- l'outil de supervision apportant affichage des mesures en lignes, alarmes concernant certains dysfonctionnements matériels, historique des données, ...
- la gestion globale de l'installation par l'opérateur, informé par l'outil de supervision.

L'opérateur doit donc faire appel à sa propre expérience : observer visuellement les différents bassins, réaliser des observations microbiennes, interpréter les mesures pour évaluer l'état du procédé, conduire la station (cycle d'extraction des boues, ajout de nutriment, ajustement des boucles de contrôle locales), anticiper le comportement du procédé et enfin détecter et localiser l'ensemble des défauts.

3.2. Influence des fluctuations des effluents papetiers sur la qualité de traitement

La composition de l'effluent fluctue de manière importante suivant les aléas de la production papetière amont. Ces fluctuations engendrent une instabilité permanente du procédé de traitement d'où des difficultés accrues pour maintenir une qualité de l'eau épurée satisfaisante. Différentes études ont été menées afin de déterminer de quelle manière (qualitative et quantitative) les variations de l'effluent pouvaient agir sur le fonctionnement du procédé à boues activées :

- **Concentration des polluants au sein de l'effluent :** l'augmentation de la concentration des polluants au sein de l'effluent peut être due au recyclage interne des eaux blanches au sein de l'unité de production qui se charge alors en matières polluantes. Cette augmentation semble ne pas affecter le taux d'abattement du procédé de traitement [Elliott et Voss, 2004]. Cependant, les concentrations en polluants dans l'eau épurée augmentent proportionnellement et peuvent ainsi dépasser les seuils de rejet autorisés.
- **Variations du pH de l'effluent :** les effets d'une diminution de pH sur l'efficacité du traitement biologique sont fonction de la température de l'effluent. Si cette température est proche de 30°C (température courante d'un effluent papetier), les effets sont faibles, la résistance des bactéries étant importante à cette température [Baldwin et Campbell, 2001]. En revanche, lorsque la température atteint 15°C (en hiver par exemple), les bactéries sont directement touchées, ce qui affecte les qualités d'épuration du procédé.
- **Présence de composés chimiques :** de nombreux additifs chimiques sont utilisés lors de la fabrication du papier. L'influence de ces additifs sur le procédé de traitement est fonction de leur concentration, de leur nature, de la durée d'exposition (durée de présence de l'additif au sein de l'effluent). Les principaux additifs ayant un impact négatif sur le traitement sont les colorants, les solvants de nettoyages, les biocides, les acides résineux et les polymères. Les effets peuvent se reporter sur la qualité de la décantation, l'activité microbienne (diminution de la consommation d'oxygène, augmentation de la DCO en sortie) ou encore la toxicité de l'eau épurée. Lors du fonctionnement normal de l'unité de production, le procédé de traitement est capable de supporter et d'éliminer ces produits chimiques en faible concentration. En revanche, en cas de dysfonctionnement ou d'arrêt / redémarrage machine, la concentration peut augmenter rapidement se traduisant par un choc toxique. Plus ce phénomène sera long dans le temps, plus l'impact sur la qualité du traitement sera important pouvant atteindre une baisse de 50% de l'activité microbienne. Cette baisse d'activité peut se traduire par différents phénomènes tels que perte de matières en suspension, détérioration de la décantation, apparition d'écume, noircissement de la biomasse par certains colorants,... [Sarlin *et al.*, 1999 ; Keech *et al.*, 2000]. Ces phénomènes surviennent généralement sans que l'opérateur n'ait pu les anticiper et prendre de mesures préventives et il est souvent difficile d'en déterminer l'origine exacte [Lacorte *et al.*, 2003].
- **Variation de la température de l'effluent :** les variations de température (température variant entre 15°C et 45°C) sont dues aux variations saisonnières, aux modes opératoires batch, aux arrêts et redémarrages de la production. Une augmentation des MES, une diminution de l'abattement de la DCO, une charge de surface des floccs plus faibles sont les conséquences remarquées par [Morgan et Allen, 2005] pour un passage de la température de 30 à 45°C.

Les procédés traitant les effluents papetiers sont également plus propices aux dysfonctionnements rencontrés occasionnellement sur les stations urbaines tels que le phénomène de bulking, encore appelé « gonflement des boues » généralement dû à la présence de bactéries filamenteuses. Des études ont permis de montrer qu'outre les conditions opératoires reconnues pour la prolifération de ces bactéries (manque d'oxygène ou de nutriments, gradient de nutriments au sein du réacteur, modification de l'âge des boues, variations de température...) [Thompson *et al.*, 2001], la présence en quantité importante de carbohydrates pouvait être une cause du phénomène [Widsten *et al.*, 2003]. Il a également été montré que le bulking (dit « tête d'épingle »), pouvait apparaître en absence de bactéries filamenteuses [Thompson et Forster, 2003]. Dans ce cas, l'irrégularité de la charge de l'effluent, de la température ou encore la présence de composés toxiques ou métalliques sont mises en cause. En effet, ces événements semblent avoir des effets sur la décantabilité des boues et la charge de surface des floes (indice de cohésion du floc).

Outre ces problèmes de défloculation et de bulking, une autre difficulté est liée à l'ajout des nutriments et particulièrement de l'azote. En effet, les valeurs de DCO et DBO de l'effluent étant en constante évolution, il est difficile d'ajuster la concentration en nutriments au sein du réacteur biologique de manière optimale. La présence d'azote ammoniacal au sein de l'eau épurée est donc récurrente et peut entraîner sous certaines conditions (pH élevé) des problèmes de toxicité [Kovacs *et al.*, 2004].

3.3 Problématique associées aux mesures

Problématique associée aux mesures pour la caractérisation de l'effluent et de l'eau claire

Les méthodes normalisées proposées pour la caractérisation de la pollution présente au sein des effluents (DCO, DBO₅, MES, MVS) comportent plusieurs inconvénients :

- nécessité de prélèvement d'échantillons ;
- protocoles opératoires contraignants ;
- délais d'obtention du résultat de mesure importants.

Ce dernier point rend ces méthodes d'analyse inadaptées pour un suivi régulier et efficace des stations de traitement. Pour contrer ce problème, plusieurs capteurs en ligne reposant sur les principes physiques tels que l'optique (UV, absorption, fluorescence), les ultrasons ou encore la spectrométrie diélectrique [Vanrolleghem et Lee, 2003 ; Thomas et Constant, 2004] ont été développés. Les biocapteurs représentent également une importante voie de recherche, notamment en ce qui concerne les mesures de DBO [Rastogi *et al.*, 2003 ; Kwok *et al.*, 2005]. Ces nouveaux capteurs autorisent l'obtention de résultats en très peu de temps en comparaison des méthodes traditionnelles (tableau 1.7). Le gain de temps engendré par l'utilisation de capteurs en ligne est donc très important et permet par conséquent l'utilisation de l'information obtenue pour la supervision du procédé.

Toutefois, toutes les méthodes développées ne répondent pas aux critères d'exigence des utilisateurs : faible coût, facilité d'utilisation, portabilité, maintenance réduite, durée de vie longue, précision, fiabilité, reconnaissance du résultat par une norme... Ces nouvelles techniques voient peu à peu le jour sur les stations réelles principalement urbaines à forte capacité. Leur expansion est encore limitée au profit des méthodes traditionnelles. Leur application est également freinée par des contraintes techniques et budgétaires, c'est le cas notamment des stations urbaines de faible dimension et des stations industrielles notamment papetières.

	DBO₅	DCO	MES	MVS
Méthodes traditionnelles	5 jours	3h00 (<i>temps de préparation de l'échantillon inclus</i>)	≥ 24 h à 105°C (<i>15min si matériel spécifique : chauffage infrarouge, ...</i>)	> 15min après MES
Capteurs en ligne [Bourgeois <i>et al.</i> , 2001]	5 – 30 min pour effluent urbain, eau de rivière, effluent synthétique, effluent d'industrie alimentaire, pharmaceutique ou papetière	quelques minutes pour effluent urbain, effluent synthétique, effluent d'industrie alimentaire	quelques minutes pour effluent urbain	-

Tableau 1.7 : Comparaison des durées d'obtention des résultats d'analyse en fonction du type de méthode utilisée

Ces dernières ne disposent pas toujours des moyens financiers nécessaires à un investissement conséquent pour l'instrumentation de leurs stations de traitement. De ce fait, les mesures indispensables à la caractérisation de l'effluent et de l'eau épurée sont généralement effectuées grâce aux protocoles expérimentaux traditionnels. Par ailleurs, étant donné les contraintes matérielles associées à la réalisation de ces mesures et au peu de temps dont les opérateurs disposent pour effectuer leurs différentes tâches, la périodicité des mesures imposées par la loi sur les installations classées pour la protection de l'environnement (arrêté spécifique aux industries papetières) est généralement conservée (tableau 1.8). Malheureusement, le délai entre deux mesures est trop long pour que l'opérateur puisse se rendre compte de l'évolution dynamique du procédé. Des événements majeurs (diminution de la concentration en biomasse due à la présence de composés toxiques, manque de nutriments) peuvent avoir lieu entre deux instants de prélèvements sans que l'opérateur ne s'en aperçoive ou des dysfonctionnements peuvent également apparaître sous forme de dérive et être détectés tardivement.

Mesure	MES	MVS	DCO	DBO ₅	DBO ₂₁	Azote ammoniacal
Périodicité des mesures (échantillon moyenné)	1 / jour	1 / jour	1 / jour	1 / semaine	–	1 / jour

Tableau 1.8 : Périodicité des mesures.

Par ailleurs, l'information apportée par les mesures ne correspond pas toujours à l'information nécessaire pour l'opérateur. Prenons l'exemple de la mesure de MVS. Elle est utilisée pour déterminer la concentration en biomasse dans un réacteur. Or cette mesure prend également en compte la biomasse morte et certaines matières non biodégradables. De ce fait, la part de biomasse vivante au sein de cette mesure n'est pas connue avec exactitude, seule une approximation en est donnée. Choisir une autre mesure permettant de connaître directement la quantité de biomasse vivante serait plus intéressante pour l'opérateur car elle indiquerait réellement l'état de la biomasse active. Par ailleurs, les protocoles opératoires, la nature même des mesures (cas de la mesure de DBO en particulier) entraînent généralement un manque de précision des résultats. La constitution des échantillons peut également être source d'imprécisions comme le montre le tableau 1.9 qui met en avant le risque de dégradation de l'échantillon avant analyse ou de non représentativité de la partie soluble de l'échantillon en fonction du mode de prélèvement.

	<i>Avantages</i>	<i>Inconvénients</i>
Echantillon moyenné sur une journée	La phase liquide de l'effluent pouvant être très variable dans le temps, le moyennage permet d'homogénéiser l'échantillon.	Pas d'information dynamique sur l'état du procédé. Risque de dégradation de l'échantillon entre le prélèvement et l'analyse
Echantillon par prélèvement unique	Dégradation de l'échantillon limitée si le délai avant analyse est faible. Information dynamique sur l'état du procédé si fréquence de prélèvement élevée.	Si le volume prélevé est trop faible (quelques cm ³), risque d'obtenir une phase liquide non représentative.

Tableau 1.9 : Implication du mode de constitution des échantillons sur la qualité de l'échantillon.

L'information apportée à l'opérateur par les mesures est donc insuffisante pour une bonne gestion de l'installation, étant donné :

- le temps d'obtention et la faible fréquence des résultats ;
- le manque de capteurs,
- le manque de pertinence de certaines mesures.

L'absence de données

Afin d'acquérir des connaissances, comprendre précisément de quelle manière les dysfonctionnements s'installent et ainsi pouvoir les anticiper, il est nécessaire d'avoir recours à des bases de données retraçant la dynamique du procédé sur des périodes relativement longues. Malheureusement, ce type de données n'existe pas pour les stations industrielles papetières. Même si des relevés journaliers sont disponibles, la fréquence des mesures est insuffisante pour en extraire une information exploitable. Par ailleurs, aucune mesure régulière n'est réalisée sur l'effluent entrant dans la phase de traitement secondaire. Seules les informations concernant l'effluent brut et l'eau épurée sont disponibles ce qui n'est pas suffisant pour étudier le fonctionnement du traitement secondaire.

Le bilan dressé ici met en avant le manque d'information brute sur l'effluent et le procédé de traitement mais également d'outils d'aide à l'opérateur pour interpréter les données. Cette absence pénalise ainsi l'efficacité des actions employées lors de la détection de dysfonctionnements. Dans le cadre des stations disposant de ressources limitées et n'ayant pas accès aux nouveaux systèmes de mesures en ligne, une approche basée sur la modélisation des connaissances phénoménologiques, la reconstruction de données non mesurées et l'interprétation de l'ensemble des données apporterait une aide précieuse à l'opérateur.

3.4. L'apport d'un système avancé d'aide à l'opérateur

3.4.1. Introduction

Différents mots-clés faisant référence au domaine de l'automatique ont été cités précédemment : système dynamique, maîtrise du procédé, anticipation, prise de décision, contraintes, ... Les outils disponibles en automatique sont à même d'apporter des solutions à l'opérateur. Celui-ci a en effet besoin d'un système qui assure à la fois :

- le suivi de l'installation,
- l'analyse des mesures pour obtenir une information pertinente,
- l'anticipation de l'état du procédé,
- la détection de dysfonctionnement,
- la proposition d'action pour améliorer le fonctionnement.

Tout ceci peut être réalisé grâce à un outil d'aide à la décision favorisant la coopération entre l'opérateur humain et la machine. Prenons un exemple afin de déterminer les avantages d'un tel outil lors d'un dysfonctionnement. L'événement choisi est la baisse de concentration en biomasse dans le réacteur due à un dysfonctionnement du système de recyclage des boues (colmatage au niveau de l'aspiration des boues dans le clarificateur) ou à la présence d'un composé toxique au sein de l'effluent. L'enchaînement des différents états est donné sur la figure 1.8 (colonne du milieu).

En utilisant un système de supervision classique (colonne de gauche), seules les mesures élémentaires sont fournies. Pour détecter le dysfonctionnement pris pour exemple, l'opérateur peut :

- se rendre directement sur le procédé, constater l'apparence des boues (couleur, taille des floccs) et conclure grâce à son expérience,
- attendre les résultats de mesures hors-ligne pour détecter le défaut et établir son diagnostic.

En revanche, le système d'aide à la décision (colonne de droite) apporte non seulement les mesures élémentaires mais estime également des données non mesurées retournant ainsi une information essentielle sur l'état du procédé (concentration en biomasse par exemple). L'aide à l'opérateur se poursuit en proposant des indications supplémentaires telles que :

- anticipation du comportement du procédé en faisant ressortir les tendances des données,
- évaluation de l'efficacité de traitement,
- proposition d'actions de correction avec indication de leur efficacité attendue.

L'opérateur peut également introduire ses propres remarques (apparence des boues, ...) afin d'affiner le jugement de l'outil d'aide à la décision. De cette manière, le dysfonctionnement est détecté et corrigé dès les premiers signes perceptibles.

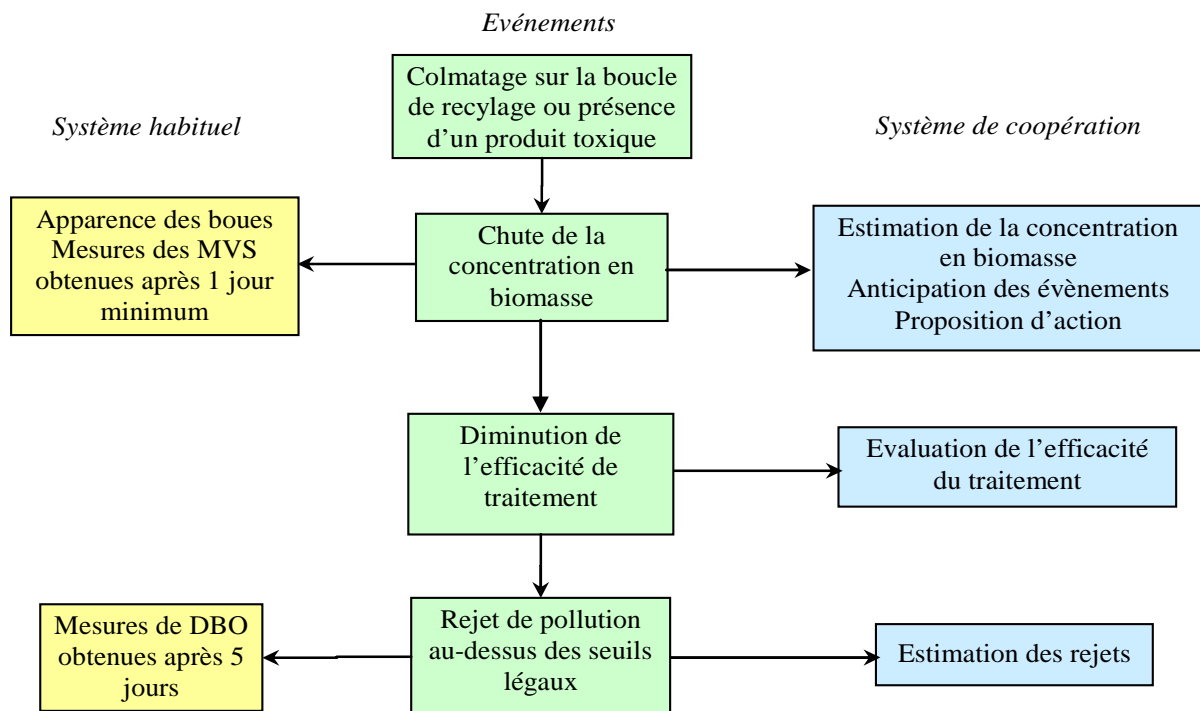


Figure 1.8 : Scénario de dysfonctionnement et comparaison entre le système de décision classique et le système basé sur la co-opération.

Bien que cet exemple constitue un cas idéal qui met en avant l'efficacité des outils d'aide à la décision, il souligne tout de même le manque crucial d'informations transmises par les systèmes de supervision traditionnels et l'intérêt que peut avoir un outil avancé d'aide à la décision.

3.4.2. Revue bibliographique

Le développement d'outils d'aide à la décision est décisif et primordial pour une bonne maîtrise du procédé. Outre le fait de favoriser le respect des seuils de rejet, ces outils permettent une diminution des coûts de fonctionnement du procédé grâce à un meilleur contrôle de l'apport en nutriments ou en oxygène, une diminution également de la quantité de boues produites et donc à traiter. Les outils de supervision avancée constituent donc un véritable enjeu pour les industriels [Dochain *et al.*, 2001]. Les principales approches proposées jusqu'à présent se basent sur des systèmes experts. Leur but est généralement d'analyser l'information disponible afin de déterminer l'état du procédé et d'améliorer ainsi son fonctionnement.

Une réelle coopération entre l'opérateur et l'outil de supervision est proposée dans [Suzuki *et al.*, 1997]. La détection de défauts est réalisée à partir d'un arbre de défaut en utilisant uniquement l'information provenant des mesures en ligne sur le procédé. Lorsque l'outil de supervision ne peut fournir une conclusion sur l'origine d'un dysfonctionnement ou l'état du procédé, l'opérateur est questionné sur les actions qu'il a menées et les informations qualitatives (odeur, couleur, aspect des boues) qu'il a récoltées. Ce système a été proposé et testé en simulation, biomasse et nutriments étant supposés mesurés en ligne.

Une approche plus globale a été proposée par [Paraskevas *et al.*, 1999], inspiré des travaux de [Sánchez *et al.*, 1996] en s'intéressant à les étapes de traitement des effluents (prétraitement, traitement primaire, traitement secondaire et traitement des boues). L'outil est ici divisé en trois modules hiérarchisés : un premier niveau pour l'acquisition des données (mesures en ligne, mesures hors ligne, information qualitative), un second niveau incluant la simulation du procédé (vérification de la validité des mesures), les boucles de contrôle et les bases de connaissance et de règle pour le diagnostic et un dernier niveau gérant l'ensemble du système (gestion des différentes boucles locales pour répondre à des objectifs et critères globaux) et diagnostiquant l'état du procédé. Dans [Paraskevas *et al.*, 1999], seul le principe de la démarche est présenté.

Nous citerons pour exemple un dernier système de supervision, appliqué à un procédé de détoxification d'effluents [Szafnicki *et al.*, 2005]. Fondé sur une modélisation dynamique du procédé, ce système peut être aussi bien utilisé comme une aide à la décision (détection de dysfonctionnements à l'aide d'une base de règle) que comme un outil d'apprentissage et d'entraînement de conduite du procédé.

L'intelligence artificielle distribuée, utilisée dans ces applications, intègre un ensemble coordonné de procédés, appelés modules, basés sur la connaissance expert, et qui interagissent soit par coopération soit par co-existence pour atteindre un objectif commun [Sánchez *et al.*, 1996]. Par ailleurs, ces systèmes utilisent de plus en plus la notion de logique floue permettant ainsi d'évaluer la gravité d'un dysfonctionnement ou d'un état et, de cette manière, rendant l'information plus pertinente pour l'opérateur [Evsukoff *et al.*, 2000].

Cependant, les problèmes liés au manque de mesures et à la non pertinence de l'information apportée ne sont pas résolus et restent l'une des difficultés majeures pour une bonne maîtrise du procédé de traitement. Le problème associé par exemple à la mesure de la biomasse n'est jamais évoqué. C'est pour répondre à cette question que nous avons choisi de traiter ce sujet dans sa globalité en cherchant tout d'abord à obtenir une information complète et régulièrement actualisée puis en s'intéressant à l'utilisation de cette information pour la transmettre de manière la plus exploitable possible à l'opérateur. De plus, les développements seront réalisés dans l'objectif d'une application au traitement biologique d'effluents papetiers étant donné les difficultés rencontrées par l'opérateur dans ce type de station de traitement.

3.4.3. Démarche proposée

La démarche de développement de l'outil d'aide à la décision a été conçue afin d'aboutir à un outil apportant des solutions aux principales difficultés établies précédemment : l'évolution dynamique est prise en compte au sein du modèle, celui-ci permettant de suivre au cours du temps l'évolution du comportement du procédé de traitement. La difficulté liée à l'acquisition de mesures est surmontée grâce à l'utilisation de capteurs logiciels pour accéder à l'information manquante. Enfin, le suivi du procédé, impliquant le maintien des conditions opératoires, est favorisé grâce aux étapes d'anticipation dynamique et de proposition d'action.

La structure de l'outil d'aide à la décision que nous proposons est basée sur une succession d'étapes, chacune nécessitant des études approfondies. Les étapes que nous proposons sont les suivantes [Bassompierre *et al.*, 2006a] :

- **Modélisation du comportement du procédé** (phénomènes biologiques et hydrodynamiques) : socle de la démarche globale, cette étape apporte l'élément permettant de simuler le comportement du procédé dans différentes conditions de fonctionnement.
- **Estimation des données non mesurées** : étape essentielle pour la constitution d'une information complète et pertinente pour l'opérateur, elle est basée sur un observateur non-linéaire établi à partir de la modélisation du procédé (développements présentés en annexe C).
- **Anticipation dynamique par extraction de tendance** : première analyse des données, cette phase facilite la tâche de l'opérateur en faisant ressortir de l'ensemble des données archivées l'information essentielle pour comprendre l'évolution de l'état du procédé. Cette extraction permet ainsi de prédire le comportement du procédé. La technique proposée pour cette tâche est la méthode d'extraction développée par [Charbonnier *et al.*, 2004] qui a été appliquée à différents procédés (unités de soins intensifs, procédé d'évaporation dans l'industrie sucrière, système de bacs en cascade).

- **Proposition d'action** : phase finale de l'analyse des données, des actions sont proposées à l'opérateur pour améliorer le fonctionnement du procédé (modification de consignes, du cycle de recyclage / purge, utilisation de nutriments particuliers, ...). Le choix des actions est réalisé à partir des données obtenues sur le comportement présent et futur (utilisation d'un système expert) et a pour but de respecter un compromis (utilisation de critères) entre taux d'abattement de la pollution, coût de fonctionnement et maintien de la biomasse.

Le travail réalisé dans cette thèse a été orienté vers la connaissance des phénomènes papetiers au moyen de l'établissement d'un modèle et la réalisation d'expérimentations appropriées. Le modèle proposé doit contenir l'information essentielle à apporter à l'opérateur, à savoir l'état de la biomasse, le taux d'abattement de la pollution et les besoins en nutriments. Il doit par ailleurs apporter une représentation précise des phénomènes biologiques et hydrodynamiques tout en conservant une structure simple pour être identifiable sur site industriel.

4. Conclusion

De par la variété de sa composition, la pollution contenue dans les effluents ne peut être éliminée que par une chaîne de traitement complexe faisant intervenir plusieurs types de procédé. Le bon fonctionnement de chaque étape est primordial notamment la phase de traitement biologique qui est la phase la plus difficile à maîtriser. En effet, son fonctionnement est basé sur le développement de micro-organismes vivants et nécessite des conditions opératoires contraignantes,

Le traitement des effluents papetiers représente un cas particulier de par sa spécificité. La composition de l'effluent, les fluctuations liées au procédé de fabrication, les caractéristiques de fonctionnement des stations, le peu de moyens attribués à l'instrumentation confèrent à ce procédé une problématique tout à fait autre que celle du traitement des effluents urbains.

Le manque d'information et d'outils de supervision efficaces rend la tâche de suivi encore plus délicate pour l'opérateur qui doit alors faire appel à son expérience personnelle. Plusieurs outils de supervision et d'aide à la décision ont été proposés ces dernières années, principalement fondés sur des systèmes experts. Ils permettent de trier les informations recueillies sur le procédé et d'en déduire l'état du procédé, en faisant appel, si nécessaire, aux connaissances de l'opérateur. Cependant, ces outils ne répondent pas à la préoccupation première qui est le manque d'information en temps réel permettant d'anticiper les variations du fonctionnement liées, entre autre, aux fluctuations de l'effluent à traiter (débit, composition).

Nous proposons donc une démarche globale permettant d'aboutir à un outil d'aide à la décision complet en quatre étapes (modélisation du comportement du procédé, estimation des données non mesurées, anticipation dynamique par extraction de tendance et proposition d'action). Seule la première a été abordée en détail au cours de ce travail. Nous avons tout d'abord étudié la modélisation du procédé à boues activées pour effluents papetiers sur la base du modèle ASM1 en simulation. Parallèlement, nous avons conçu un pilote semi-industriel qui nous a permis de valider expérimentalement l'étape de modélisation dans le cas papetier.

Chapitre 2

Modélisation du procédé à boues activées pour effluent papetier

Ce chapitre est dédié à la modélisation des procédés de traitement à boues activées pour effluent papetier. Notre objectif est d'obtenir un modèle suffisamment prédictif pour décrire avec précision l'évolution des variables pertinentes sur un domaine de fonctionnement large et représentatif des cas réels papetiers. Nous nous attacherons à obtenir un modèle simple malgré la complexité des phénomènes à représenter.

Une première partie présente les différentes étapes permettant d'aboutir à l'écriture d'un modèle biologique à partir de bilans de matière, de schémas réactionnels et de cinétiques. Nous présentons également le modèle biologique le plus couramment employé, le modèle ASM1, Activated Sludge Model n°1¹, mis en place par un groupe de l'International Association on Water Pollution Research and Control (IAWPRC) en 1987. Etant donné sa structure complexe, de nombreux modèles réduits sont proposés dans la littérature afin d'obtenir un modèle plus exploitable en situation réelle. Les différentes techniques de réduction de ce modèle sont donc exposées.

Dans un second temps, nous cherchons à définir un modèle « générique » pouvant s'appliquer à la fois au traitement d'un effluent urbain et à celui d'un effluent papetier sans nécessité d'adaptation particulière. Nous proposons donc un premier modèle réduit représentant le traitement de la pollution azotée et carbonée. L'identification et la validation de ce modèle sont alors menées en simulation sur la base d'un modèle de référence défini par le benchmark COST 624 [Copp, 2002].

¹ [Henze, *et al.*, 1987]. Le groupe IAWPRC (International Association on Water Pollution Research and Control) a proposé plusieurs modèles biologiques pour boues activées appelés ASM (Activated Sludge Model) et numéroté de 1 à 3. Le modèle ASMn°1 est le plus utilisé.

Les résultats de l'analyse de sensibilité paramétrique de ce modèle sont ensuite décrits. Un certain nombre de paramètres posent clairement des problèmes d'identifiabilité pratique. D'autre part, la base de données pour l'identification doit être très complète compte tenu du nombre important de paramètres à identifier. Ce modèle réduit ne peut donc être appliqué en supervision sur site industriel papetier.

Nous décrivons enfin l'adaptation de ce modèle aux caractéristiques du procédé papetier pour aboutir à un modèle dédié. Nous vérifions à l'aide de différents outils (étude de la cohérence du modèle, Analyse en Composantes Principales), que le modèle papetier proposé répond aux objectifs. Une base de données papetières est ensuite constituée à partir des informations fournies par la station des Papeteries de Lancey afin d'effectuer l'identification paramétrique du modèle papetier en simulation. Etant donné la nécessité d'utiliser un modèle autonome, le clarificateur est ensuite intégré dans la modélisation. Le modèle de la boucle complète de traitement est alors simulé et comparé à la base de données papetières. Une discussion sur les résultats obtenus clôt cette partie.

1. Les modèles des procédés à boues activées

1.1. Introduction

La précision du modèle ainsi que sa structure doivent avant tout correspondre à l'objectif pour lequel le modèle a été construit. Pour un objectif de commande, les modèles « boîte noire » (utilisant entre autre les réseaux de neurones, ...) [Côté *et al.*, 1995 ; Belanche *et al.*, 1999] ont été testés. Lorsque le but est d'expliquer et de prédire l'évolution du système, ceci nécessite de faire appel aux modèles de connaissance. Ce type de modélisation, contrairement à la modélisation « boîte noire », permet de conserver l'information physique issue des variables d'état et ainsi d'expliquer ce qui se passe au sein du procédé. Pour cela, le comportement global du procédé biologique est défini grâce à des bilans de matière. Cependant, les lois disponibles pour caractériser l'évolution des micro-organismes sont principalement des lois empiriques plus spécifiques et de domaine de validité moins étendu que les lois physiques classiques. L'établissement d'un modèle de ce type nécessite donc une bonne connaissance des phénomènes se produisant au sein du milieu. De ce fait, le modèle sera différent selon le procédé étudié et l'origine de l'effluent ([Winkler *et al.*, 2001 ; Fikar *et al.*, 2004 ; Pons *et al.*, 2004] pour les procédés Sequencing Batch Reactor, [Stricker et Racault, 2005] pour le traitement des vinasses).

La modélisation des systèmes biologiques, du fait du caractère « vivant » du procédé et de l'interaction entre les phénomènes biologiques et hydrodynamiques, se heurte cependant à quatre difficultés principales:

- la complexité des réactions mises en jeu ;
- la méconnaissance des phénomènes hydrodynamiques entraînant l'utilisation de modèles hydrodynamiques relativement simples ne permettant pas de représenter justement l'influence de l'hydrodynamique sur le rendement du procédé de dépollution [Metcalf et Eddy, 2003 ; Potier *et al.*, 2005] ;
- le faible nombre de mesures disponibles, souvent imprécises, et un manque de reproductibilité des expérimentations, ce qui freine la constitution de bases de données conséquentes, représentatives du fonctionnement et fiables ;
- l'évolution au cours du temps des paramètres du modèle, révélateur de l'insuffisance d'une approche macroscopique du fait de variations du métabolisme bactérien ou encore de phénomènes microscopiques non perceptibles [Dochain *et al.*, 2001].

Le verrou principal est l'identification des paramètres de ces modèles. C'est la raison pour laquelle la minimisation du nombre de paramètres et de variables d'état est recherchée. Toutefois, le nombre de paramètres détermine également la dynamique du modèle. Il est donc nécessaire de réaliser un compromis afin de respecter à la fois une simplicité de structure et une représentation dynamique répondant aux objectifs du modèle.

1.2. Modélisation des procédés biologiques

Bilan de matière

Les modèles, formés d'un ensemble d'équations différentielles non linéaires, sont obtenus à partir des équations dynamiques de bilan sur le bioréacteur. Un bilan de matière définit la variation de la quantité d'un composé comme étant la somme de ce qui est apporté ou produit, diminué de ce qui est soutiré ou consommé, soit :

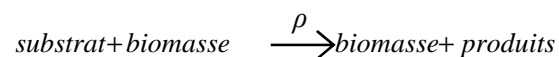
$$\mathbf{Accumulation} = (\mathbf{Entrée} + \mathbf{Production}) - (\mathbf{Sortie} + \mathbf{Consommation}) \quad \text{Eq. 2.1}$$

L'écriture d'un bilan pour chaque composé aboutit à la proposition d'un modèle global du procédé. La partie traduisant les réactions biologiques est représentée par les termes Production et Consommation.

Schéma réactionnel

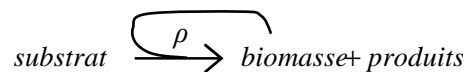
En résumant de manière synthétique et d'un point de vue macroscopique l'ensemble des réactions biologiques et chimiques, le schéma réactionnel permet de définir les termes *production* et *consommation* du bilan de matière. Ce sont ces réactions qui déterminent la dynamique biologique du procédé, leur vitesse correspondant généralement à la vitesse de croissance de la bactérie impliquée. Le schéma réactionnel est donc construit à partir des connaissances phénoménologiques disponibles. De plus, son degré de complexité est fonction de la précision que l'on souhaite obtenir : choix des réactions jugées prépondérantes pour le procédé étudié, des composés présents, ... Son écriture n'est donc pas unique. Les réactions principales intervenant dans un procédé de traitement biologique sont schématisées ci-dessous :

- la croissance de la biomasse par oxydation de la matière carbonée, nitrification ou dénitrification :



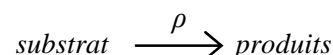
où ρ est la cinétique de la réaction.

On peut écrire de manière plus synthétique cette réaction, selon [Bastin et Dochain, 1990], par :

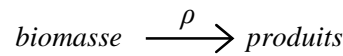


La flèche de retour signifie que la biomasse utilise le substrat pour produire de la nouvelle biomasse (biomasse à la fois produit et catalyseur), en d'autres termes il n'y a pas de croissance de biomasse sans biomasse initiale.

- la transformation d'un composé en un autre composé par réaction enzymatique, les enzymes jouant le rôle de catalyseur (hydrolyse des composés à l'extérieur de la cellule) ou par réaction chimique (ammonification) :



- la mort de la biomasse :



Chaque réaction est caractérisée par les concentrations des composés (substrat, biomasse, produits), la cinétique de réaction ρ et les taux de conversion Y .

Le taux de conversion Y représente la quantité théorique de produit formé à partir d'une quantité donnée de réactif. Il dépend donc de la nature des composés (substrat, biomasse,...) impliqués dans la réaction. Il existe un taux pour chaque réaction biologique et composé impliqué : nous trouvons ainsi un taux de conversion de la biomasse morte en produits inertes, un taux de conversion du substrat en produits formés mais le taux de conversion le plus couramment utilisé est celui du substrat en biomasse. Leur valeur peut être déterminée par une expérimentation en mode batch : on laisse évoluer librement les composés de la réaction étudiée dans un réacteur fermé sans ajout ni soutirage. Le taux est alors déterminé par la quantité de produits formés (biomasse, produits) divisée par la quantité de réactifs consommés (substrats, biomasse).

Pour chaque réaction biologique, les vitesses de consommation et de production des composés impliqués sont données par le produit $Y \times \rho$, précédé respectivement du signe – et du signe +. L'ensemble des vitesses agissant sur le composé j et correspondant au terme *Production – Consommation* du bilan de matière est appelé la vitesse biologique globale, notée r_j . Son expression est :

$$r_j = \sum_i Y_{i,j} \cdot \rho_i \quad \text{Eq. 2.2}$$

Le schéma réactionnel permet donc de définir :

- les variables d'état qui sont les composés intervenant dans les réactions ;
- les cinétiques associées à chacune des variables d'état en fonction des réactions biologiques dans lesquelles elle intervient.

Il peut être également mis sous la forme d'un diagramme fonctionnel qui contient la même information mais qui, visuellement, permet de mieux mettre en évidence les enchaînements de réaction [Farza et Chérury, 1991].

Cinétiques des réactions

Les cinétiques sont un élément important de la dynamique du système. Cependant, la manière dont chaque composé influe sur la cinétique de réaction est difficile à évaluer. L'écriture de ces cinétiques sous forme d'équation est issue de considérations souvent empiriques et ces formulations ne constituent donc que des relations approximatives.

L'expression d'une cinétique est :

$$\rho = \mu \times [\text{biomasse}] \quad \text{Eq. 2.3}$$

μ est un paramètre pouvant être exprimé par une constante ou un paramètre variant dans le temps ou encore un produit des autres variables d'état du système. Dans le cas de la mortalité de la biomasse, un coefficient constant est suffisant :

$$\rho = -b \cdot X_B \quad \text{Eq. 2.4}$$

où b est le coefficient de mortalité de la biomasse (j^{-1}).

X_B est la concentration en biomasse ($\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$).

Remarque : les unités affectées aux composés de la matière organique (biomasse, matière carbonée, ...) sont exprimées en $\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$ (paragraphe 1.3.2).

Le paramètre b a l'avantage de pouvoir être mesuré directement par méthode respirométrique [Spanjers et Vanrolleghem, 1995], ce qui n'est généralement pas le cas des coefficients cinétiques.

Cependant, cette écriture (Eq. 2.3) n'est pas suffisante pour décrire les cinétiques complexes (oxydation de la matière organique biodégradable, nitrification, dénitrification, hydrolyses) puisqu'elle ne permet pas la représentation des phénomènes de saturation ou d'inhibition. La mise en équation de cinétiques complexes nécessite donc de déterminer si un composé, suivant sa concentration dans le milieu réactionnel, inhibe, active ou limite la réaction et dans quelle proportion. Les modèles empiriques de Haldane et de Monod [Edeline, 1988] apportent des solutions à ce problème. Ils s'intéressent principalement à la réaction de croissance de la biomasse qui est l'une des réactions les plus complexes du procédé de traitement.

Afin de déterminer l'action du substrat sur la cinétique de croissance bactérienne, un test expérimental en mode batch peut être réalisé. Des quantités données de substrat et de biomasse sont mises en contact dans un environnement favorable au développement de la biomasse (agité, aéré, à température requise) à un instant t_0 . L'évolution au cours du temps de la concentration en bactéries, notée X_B , est alors enregistrée (figure 2.1). Cinq phases sont répertoriées :

- une phase de latence (1) : adaptation des bactéries au nouveau milieu ;
- une phase de croissance exponentielle (2) : présence d'une quantité importante de substrat entraînant une multiplication cellulaire avec un taux de croissance maximal ;
- une phase de ralentissement (3) : multiplication ralentie des cellules ;
- une phase de stabilisation (4) : concentration de substrat nulle ou apparition d'inhibiteurs, maintien des bactéries grâce à leur réserve interne ;
- une phase de déclin (5) : décroissance par « mort » de la biomasse du fait de l'épuisement du milieu en substrat.

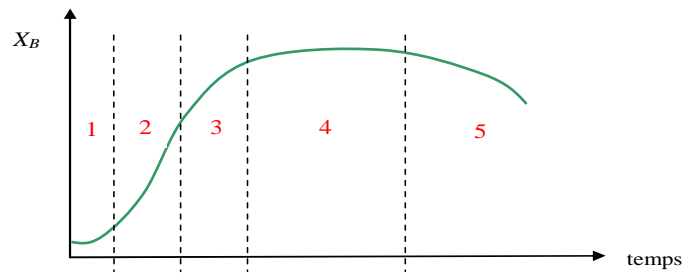


Figure 2.1 : Evolution de la concentration des bactéries pour une culture en mode batch (Source : [Edeline, 1988]).

A partir de ces résultats, une loi a été proposée par [Monod, 1942], inspirée de travaux antérieurs [Michaëlis et Menten, 1913]. Elle permet de traduire la phase de croissance exponentielle (2) correspondant à la saturation du taux spécifique de croissance :

$$\rho = \mu \cdot X_B \quad \text{Eq. 2.5}$$

avec $\mu = \mu_{\max} \cdot \frac{[\text{substrat}]}{K_S + [\text{substrat}]}$

où μ est le taux spécifique de croissance (j^{-1}),

μ_{\max} est le taux maximal de croissance (j^{-1}),

K_S est la constante de demi-saturation en substrat ($\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$),

La constante de demi-saturation K_S représente la concentration en substrat lorsque le taux de croissance μ est égal à la moitié de sa valeur maximale (figure 2.2). La valeur attribuée au coefficient K_S détermine ainsi le moment auquel la concentration en substrat voit son caractère saturant devenir prépondérant, ce qui influe donc directement sur l'allure de la courbe de la loi de Monod. La connaissance de la valeur de ce paramètre est donc essentielle car elle exprime de quelle manière la concentration en substrat se situe par rapport au niveau de saturation. Malheureusement, l'estimation de ce type de paramètre nécessite la mise en œuvre de tests expérimentaux particuliers et reste très sensible aux conditions opératoires [Henze *et al.*, 1987].

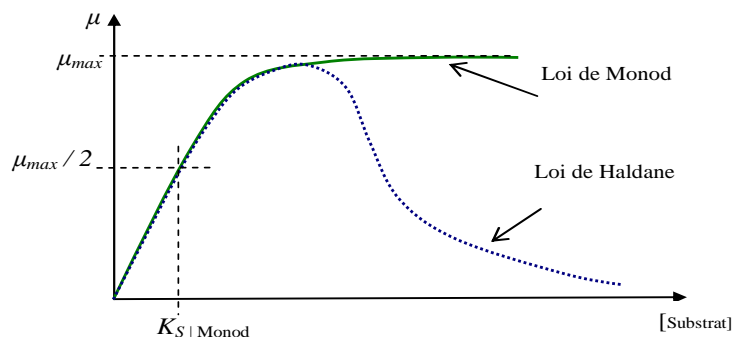


Figure 2.2 : Représentation graphique des lois de Monod et de Haldane.

Certains composés peuvent également inhiber une réaction lorsque leur concentration est trop élevée. La loi de Monod ne permettant pas de représenter ce phénomène, il est alors préférable d'utiliser la loi de Haldane :

$$\mu = \mu_{\max} \cdot \frac{[substrat]}{K_S + [substrat] + \frac{[substrat]^2}{K_{inhib}}} \quad \text{Eq. 2.6}$$

où K_{inhib} (mg.L⁻¹) est la constante d'inhibition.

Pour permettre une croissance bactérienne, outre la matière organique biodégradable, interviennent les éléments nutritifs tels que l'oxygène (dans le cas des réactions en milieu aérobie), l'azote ammoniacal, les nitrates et nitrites,... L'expression du taux spécifique de croissance doit tenir compte de ces éléments sous forme de facteurs limitants et prend alors la forme :

$$\mu = \mu_{\max} \cdot \prod_i \left(\frac{[composé i]}{K_i + [composé i]} \right) \quad \text{Eq. 2.7}$$

La formulation des cinétiques de réaction n'est qu'approximative étant donné la complexité des réactions et la difficulté d'identifier avec précision l'action de chaque composé sur la dynamique de la réaction. Par conséquent, la formulation des taux de conversion biologiques au sein d'un modèle est relativement fiable tandis que la formulation des cinétiques reste imprécise.

1.3. Le modèle biologique ASM1

Le modèle ASM1 [Henze *et al.*, 1987] constitue un modèle général capable de représenter de façon précise le comportement du procédé lors du traitement d'un effluent chargé en matières azotées et carbonées.

1.3.1. Phénomènes biologiques et variables d'état

L'ensemble des réactions décrites lors de la présentation du schéma réactionnel est pris en compte dans ce modèle :

- la croissance de la biomasse au travers de la réaction d'oxydation de la matière carbonée et des réactions de nitrification et de dénitrification ;
- la mort de la biomasse ;
- l'ammonification de l'azote organique ;
- l'hydrolyse de la matière organique en suspension (azotée ou carbonée).

L'hydrolyse représentant un ensemble de réactions complexes, une unique expression globale a été proposée afin de simplifier sa modélisation. Cette modélisation suppose que seule la partie rapidement biodégradable de la matière organique biodégradable peut être utilisée par la biomasse. L'expression

de l'hydrolyse permet donc d'introduire une dynamique lente pour l'utilisation de la partie lentement biodégradable.

Ces phénomènes biologiques font appel à différents types de composés représentés par treize variables d'état. La lettre X est proposée pour les composés particuliers et la lettre S pour les composés solubles. Nous pouvons classer ces variables d'état en cinq groupes :

- les substrats : le substrat rapidement biodégradable S_S ($\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$) et le substrat lentement biodégradable X_S ($\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$). Ce dernier est considéré comme étant particulière par le modèle ASM1 bien que des fractions solubles et colloïdales soient également présentes ;
- les biomasses : la biomasse hétérotrophe X_{BH} ($\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$), responsable de l'oxydation des matières organiques et de la dénitrification, et la biomasse autotrophe X_{BA} ($\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$), responsable de la nitrification. La croissance des biomasses est décrite par la loi de Monod. Une troisième variable d'état, notée X_P ($\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$), représente les produits issus de la mort de la biomasse ;
- les composés azotés : l'azote organique biodégradable particulière X_{ND} ($\text{mg}_N \cdot \text{L}^{-1}$), l'azote organique biodégradable soluble S_{ND} ($\text{mg}_N \cdot \text{L}^{-1}$), l'azote ammoniacal S_{NH} ($\text{mg}_N \cdot \text{L}^{-1}$) et les nitrates-nitrites S_{NO} ($\text{mg}_N \cdot \text{L}^{-1}$) ;
- l'oxygène dissous S_O ($\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$);
- les états biologiquement inertes : les composés organiques inertes solubles S_I ($\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$) et particuliers X_I ($\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$), l'alcalinité S_{alk} ($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$).

Les paramètres utilisés dans ce modèle sont définis dans le tableau 2.1.

1.3.2. Ecriture du modèle

Les équations du modèle sont présentées sous forme d'une matrice (figure 2.3). La première ligne de cette matrice contient les variables d'état du modèle. La première colonne indique le nom des cinétiques biologiques dont l'expression est donnée dans la dernière colonne. Dans chaque case (i, j), le taux de conversion Y_{ij} apparaît. La vitesse globale d'une variable d'état est donc décrite par la colonne associée qui indique l'ensemble des réactions intervenant sur cette variable d'état (cf. Eq 2.2).

Bien qu'ils soient de nature différente, les phénomènes biologiques présents au sein des phases anoxiques et aérobies sont simulés sous un unique modèle. Ceci est possible grâce à l'utilisation de fonctions de commutation :

- les cinétiques ayant lieu uniquement en phase anoxique comporteront le terme $\frac{K_{OH}}{S_O + K_{OH}}$ inhibant la réaction en phase aérobie ;
- les cinétiques ayant lieu uniquement en phase aérobie comporteront le terme $\frac{S_O}{S_O + K_{OH}}$ ou le terme $\frac{S_O}{S_O + K_{OA}}$ inhibant la réaction en phase anoxique.

	Notation	Signification	Valeur	Unité
Taux de conversion	Y_A	Taux de conversion substrat / biomasse autotrophe	0.24	$g_{O_2_Xba} \cdot g_N^{-1}$
	Y_H	Taux de conversion substrat / biomasse hétérotrophe	0.67	$g_{O_2_Xbh} \cdot g_{O_2_Ss}^{-1}$
	f_P	Fraction de DCO inertes générés par la biomasse morte	0.08	-
	i_{XB}	Fraction d'azote dans la biomasse hétérotrophe	0.08	$g_N \cdot g_{O_2}^{-1}$
Coefficients cinétiques	$\hat{\mu}_H$	Taux de croissance maximal de la biomasse hétérotrophe	4.0	j^{-1}
	$\hat{\mu}_A$	Taux de croissance maximal de la biomasse autotrophe	0.5	j^{-1}
	b_H	Coefficient de mortalité de la biomasse hétérotrophe	0.3	j^{-1}
	b_A	Coefficient de mortalité de la biomasse autotrophe	0.05	j^{-1}
	K_S	Coefficient de demi-saturation en substrat rapidement biodégradable	10.0	$mg_{O_2} \cdot L^{-1}$
	K_{OH}	Coefficient de demi-saturation de l'oxygène pour la biomasse hétérotrophe	0.2	$mg_{O_2} \cdot L^{-1}$
	K_{NO}	Coefficient de demi-saturation du nitrate pour la biomasse hétérotrophe	0.5	$mg_{NO_3-N} \cdot L^{-1}$
	K_{NH}	Coefficient de demi-saturation de l'azote ammoniacal pour la biomasse autotrophe	1.0	$mg_{NH_3-N} \cdot L^{-1}$
	K_{OA}	Coefficient de demi-saturation de l'oxygène pour la biomasse autotrophe	0.4	$mg_{O_2} \cdot L^{-1}$
	K_X	Coefficient de demi-saturation pour l'hydrolyse du substrat lentement biodégradable	0.1	$g_{O_2_Xs} \cdot g_{O_2_Xbh}^{-1}$
	η_g	Facteur de correction pour $\hat{\mu}_H$ sous condition anoxie	0.8	-
	η_h	Facteur de correction pour l'hydrolyse sous condition anoxie	0.8	-
	k_h	Taux maximal pour l'hydrolyse	3.0	$g_{O_2_Xs} \cdot (g_{O_2_Xbh} \cdot j)^{-1}$
	k_d	Taux d'ammonification	0.05	$m^3 \cdot (g_{O_2} \cdot j)^{-1}$

Tableau 2.1 : Définition des paramètres utilisés dans le modèle ASM1.

Remarque : le paramètre η_g signifie que seule une partie de la biomasse hétérotrophe est nitrifiante, le paramètre η_h indique que la réaction d'hydrolyse sur X_S est plus lente en phase anoxique qu'en phase aérobie.

Figure 2.3 : Modèle ASMI (Source : [Henze et al., 1987]).

Concentrations j		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	Cinétique de la réaction
i	Réaction ρ_i	S_I	S_S	X_I	X_S	X_{BH}	X_{BA}	X_P	S_O	S_{NO}	S_{NH}	S_{ND}	X_{ND}	S_{alk}	
1	Croissance aérobie des hétérotrophes		$-\frac{1}{Y_H}$			1			$-\frac{1-Y_H}{Y_H}$		$-i_{XB}$			$-\frac{i_{XB}}{14}$	$\hat{\mu}_H \cdot \frac{S_S}{K_S + S_S} \cdot \frac{S_O}{K_{OH} + S_O} \cdot X_{BH}$
2	Croissance hétérotrophe anoxique		$-\frac{1}{Y_H}$			1			$-\frac{1-Y_H}{2.86Y_H}$		$-i_{XB}$			$-\frac{1-Y_H}{14 \times 2.86Y_H} - \frac{i_{XB}}{14}$	$\hat{\mu}_H \cdot \frac{S_S}{K_S + S_S} \cdot \frac{K_{OH}}{K_{OH} + S_O} \cdot \frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \cdot \eta_g X_{BH}$
3	Croissance autotrophe aérobie						1		$-\frac{4.57 - Y_A}{Y_A}$	$\frac{1}{Y_A}$	$-i_{XB} - \frac{1}{Y_A}$			$-\frac{i_{XB}}{14} - \frac{1}{7Y_A}$	$\hat{\mu}_A \cdot \frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \cdot \frac{S_O}{K_{OA} + S_O} \cdot X_{BA}$
4	Mortalité des bactéries hétérotrophe				$1 - f_P$	-1		f_P					$i_{XB} - f_P i_{XP}$		$b_H X_{BH}$
5	Mortalité des bactéries autotrophe				$1 - f_P$		-1	f_P					$i_{XB} - f_P i_{XP}$		$b_A X_{BA}$
6	Ammonification										1	-1		$\frac{1}{14}$	$k_a \cdot S_{ND} \cdot X_{BH}$
7	Hydrolyse du carbone organique		1		-1										$k_h \frac{X_S/X_{BH}}{K_X + X_S/X_{BH}} \left[\left(\frac{S_O}{K_{OH} + S_O} \right) + \eta_h \left(\frac{K_{OH}}{K_{OH} + S_O} \right) \left(\frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \right) \right] X_{BH}$
8	Hydrolyse de l'azote organique											1	-1		$\rho_7 (X_{ND}/X_S)$

1.4. Approches basées sur le modèle ASM1 – revue bibliographique

Le modèle ASM1 a été bien accueilli par la communauté scientifique et largement utilisé mais le plus souvent de manière indirecte. En effet, sa complexité (grand nombre de variables d'état et de paramètres, non-linéarités) ne permet pas de l'exploiter facilement à des fins de commande, d'observation des états non mesurés ou de supervision. Pour toutes ces raisons, de nombreux modèles dits « modèles réduits » ont été proposés.

La réduction du modèle ASM1 peut être réalisée suivant deux approches distinctes : une première approche basée sur le choix du schéma réactionnel, une seconde approche basée sur la linéarisation. L'objectif commun est de conserver le meilleur compromis entre facilité d'utilisation (identification, coût de calcul,...) et précision.

1.4.1. Approches basées sur le choix du schéma réactionnel

Les phénomènes biologiques macroscopiques mis en jeu dans un procédé à boues activées sont relativement nombreux. Le modèle ASM1 décrit la majorité d'entre eux pour se rapprocher au plus près du comportement réel. Cependant, suivant l'application souhaitée, la modélisation ne nécessite pas de représenter tous les phénomènes, soit parce qu'ils ne sont pas présents dans l'application considérée, soit parce qu'ils n'ont pas d'influence sur le comportement que l'on souhaite modéliser.

Sélection des phénomènes prépondérants selon l'utilisation du modèle

L'application principale des modèles réduits par cette méthode est le contrôle de l'élimination de l'azote en milieu urbain. [Jeppsson, 1996] a établi un modèle en fonction des mesures supposées disponibles (DCO, composés azotés S_{NH} et S_{NO} , débits). Ce modèle reste relativement complexe, avec 5 variables d'état, dont deux concentrations en biomasses et dix paramètres à estimer. L'oxygène dissous est supposé régulé à une valeur constante.

[Julien, 1997] a proposé un modèle réduit dans un objectif de contrôle de l'élimination de l'azote par ajout de matière carbonée. Le modèle a servi de base à la construction d'un estimateur de l'azote ammoniacal à partir des mesures de nitrate et d'oxygène dissous et ne conserve donc que les variables d'état utiles à cette estimation : S_{NH} , S_{NO} et S_O . Les autres variables d'état ont été considérées comme invariantes (par exemple les biomasses) ou n'interviennent plus dans les bilans conservés, les cinétiques réactionnelles associées étant considérées constantes. [Gomez-Quintero *et al.*, 2000] ont adapté ce modèle à un procédé batch dans le même objectif de commande. Une équation de bilan de la matière organique facilement biodégradable S_S a été ajoutée au modèle afin d'avoir une information sur la concentration en nutriments.

Une autre technique revient à ne considérer que les phénomènes se produisant dans la phase considérée, anoxique ou aérobie. Ainsi, la croissance des bactéries autotrophes ne se fait que dans un

système aéré. Il est donc intéressant de séparer ces deux environnements et de créer deux sous-modèles : le premier comprenant les équations décrivant l'évolution des substances en milieu anoxique, le deuxième concernant les équations du milieu aérobie. [Jeppsson, 1996 ; Julien, 1997 ; Cadet *et al.*, 2003] ont utilisé cette démarche, ce qui leur a permis d'accéder à un modèle plus simple et plus approprié à chaque environnement, les simplifications étant significatives pour la partie anoxique. [Levstek *et al.*, 2006], quant à lui, a choisi de conserver les mêmes réactions dans chacune des phases mais en prenant des jeux de paramètres différents.

Cette approche permet de réduire considérablement le modèle ASM1 tout en conservant une bonne précision dynamique. Elle permet de respecter certaines contraintes liées aux mesures disponibles tout en gardant la cohérence du modèle ASM1. Les modèles établis sont principalement dédiés à la commande ce qui permet de s'affranchir des fluctuations de la concentration en biomasse, qui est difficilement mesurable, pour ne conserver que les polluants. Cependant, ces modèles sont très ciblés sur le traitement de l'azote. Comme l'effluent papetier en contient en très faible quantité, la démarche doit être adaptée à ce cas.

Sélection des variables d'état suivant leur échelle de temps

Une autre manière de sélectionner les phénomènes biologiques est de s'intéresser à leur dynamique. C'est cette méthode qu'ont employés [Steffens *et al.*, 1997 ; Weijers, 2000 ; Cadet *et al.*, 2004]. Les modèles biologiques contiennent généralement des variables d'état évoluant dans des échelles de temps différentes. Il est donc possible, grâce à la méthode des perturbations singulières, de les séparer en deux groupes distincts suivant leur dynamique : un groupe des états variants lentement (échelle de temps t) et un groupe des états variants rapidement (échelle de temps τ , avec $t > \tau$). On peut alors construire pour chaque groupe un modèle particulier selon le groupe choisi pour référence :

- lorsque le groupe variant lentement est pris pour référence, les variables d'état du groupe rapide atteignent instantanément leur état final et sont considérées comme constantes ;
- lorsque le groupe variant rapidement est pris pour référence, les variables d'état évoluant lentement sont considérées comme des constantes.

Ainsi, nous obtenons un système algèbro-différentiel. Bien que la précision dynamique des états ainsi obtenus soit excellente, cette méthode ne permet pas pour les boues activées de simplifier significativement le modèle, les échelles de temps n'étant pas suffisamment éloignées. En outre, on aboutit à un système algèbro-différentiel plus difficile à manipuler que le système différentiel de départ.

1.4.2. Approches basées sur la linéarisation

Linéarisation de la loi de Monod

Les non-linéarités du modèle ASM1 proviennent principalement de l'expression des cinétiques de réaction. Suivant les conditions de fonctionnement du procédé étudié et de la composition de

l'effluent à traiter, la loi de Monod peut n'être utilisée que sur une partie restreinte. Cette courbe peut alors être approximée suivant la valeur du composé concerné :

- soit par une approximation linéaire de la forme $a \cdot [\text{composé}]$ dans le cas d'une concentration faible ;
- soit par une approximation de la saturation (μ_{max}) si le composé est en concentration importante.

Cette hypothèse permet de simplifier le modèle en supprimant une partie des non-linéarités et des paramètres, elle est donc couramment employée lors des démarches de réduction [Jeppsson, 1996 ; Smets *et al.*, 2003 ; Gomez-Quintero *et al.*, 2004]. Toutefois, cette approximation ne peut être utilisée que sur des effluents dont les variations en composition sont relativement restreintes. Dans le cadre de notre étude, nous pourrions donc vérifier la pertinence de l'information apportée par la loi de Monod vis-à-vis de notre base de données.

Les modèles LTI

L'intérêt principal des modèles d'état linéaires LTI (Linear Time Invariant) est leur facilité d'utilisation pour une application en commande. Les techniques de linéarisation des modèles autour d'un point de fonctionnement (comme le développement de Taylor par exemple) sont peu employées étant donné la grande variabilité autour du point de fonctionnement réel induisant un domaine de validité du modèle linéarisé très restreint. Des techniques alternatives sont donc utilisées dans le cas des procédés biologiques.

[Smets *et al.*, 2003] ont suivi une démarche originale en utilisant les valeurs moyennes des états sur une période, après avoir linéarisé la loi de Monod, selon :

$$\rho = k \cdot S_S \cdot X_{BH} \cdot S_O \Rightarrow \rho = a_1 \cdot \bar{X}_{BH} \cdot \bar{S}_O \cdot S_S + a_2 \cdot \bar{X}_{BH} \cdot S_O \cdot \bar{S}_S + a_3 \cdot X_{BH} \cdot \bar{S}_O \cdot \bar{S}_S \quad \text{Eq. 2.8}$$

où \bar{X} et \bar{S} sont les valeurs moyennes des variables d'état X et S sur la période concernée.

Dans le cas d'un procédé pouvant fonctionner dans des conditions opératoires variées (composition de l'effluent, concentration en oxygène dissous, en nutriments,...), un jeu de paramètres doit être calculé pour chacune des valeurs des caractéristiques de condition opératoire. Le modèle représentant les conditions opératoires réelles est issu de l'association de ces jeux de paramètres. Le nombre de sous-modèles à manier peut donc rapidement devenir très important.

1.4.3 Les modèles pour effluents papetiers

Les performances de modèles plus ou moins complexes de procédé de traitement par boues activées appliqué à la dégradation de la matière organique biodégradable (cas des effluents papetiers) ont été comparés par [Shahriari, *et al.*, 2006]. Cette étude a permis de conclure qu'un modèle ne

comportant que trois variables d'état (biomasse vivante, biomasse morte et substrat) constitue le meilleur compromis de modélisation lorsque les possibilités d'identification paramétrique sont limitées. En revanche, les modèles ASM apportent une vision plus détaillée du comportement du système. De ce fait, les études proposées dans la littérature tendent généralement à proposer un modèle conservant les facilités d'identification du modèle simple tout en maintenant l'information des modèles ASM.

L'ensemble des modèles proposés pour les effluents papetiers ne considère que la dégradation de la matière organique biodégradable en phase aérobie. Viennent ensuite s'ajouter différents choix selon le degré de précision ou de complexité souhaité. [Horan et Chen, 1998] ont par exemple conservé trois réactions biologiques : l'hydrolyse et l'oxydation de la matière organique biodégradable et la mort de la biomasse. Ayant une structure simple, ce modèle, utilisé en simulation, a favorisé l'optimisation de la station industrielle étudiée en travaillant sur deux points d'équilibre différents. [Lindblom *et al.*, 2004] ont ajouté au modèle ASM1 deux variables supplémentaires : le phosphore et la biomasse prédatrice, dans le but de contrôler l'ajout de nutriments. [Baraňao et Hall, 2004] ont appliqué directement le modèle ASM n°3, recommandé pour les effluents très chargés en pollution carbonée, à une installation industrielle.

Ces études montrent que, comme pour les effluents urbains, les considérations biologiques sont les plus pertinentes pour établir un modèle. Cependant, l'approche de [Horan et Chen, 1998] ne permet pas effectivement de contrôler l'ajout de nutriments et les approches de [Lindblom *et al.*, 2004 ; Baraňao et Hall, 2004] sont trop complexes pour une application en ligne. Un développement spécifique de modélisation est donc nécessaire pour répondre à nos objectifs d'aide à la décision en ligne.

2. Etudes préliminaires : modèle réduit urbain

Le but de cette étude préliminaire est de proposer une réduction du modèle ASM1 respectant au maximum le schéma réactionnel. Ce modèle sera donc forcément valable pour les effluents urbains, ce qui nous permet de le valider dans le cadre du simulateur urbain (annexe G) et de conserver une phase anoxique. En effet, ce modèle pourra être validé dans d'autres études sur des effluents urbains². Nous appellerons ce modèle : « modèle réduit urbain ». En effet, nous avons voulu éviter, sans retour d'expérience sur pilote, de faire des hypothèses trop importantes comme supprimer l'activité des bactéries autotrophes. Son adéquation pour une application sur un effluent papetier sera analysée dans les deux dernières parties de ce chapitre.

² Dans le cadre du LAFMAA (Laboratoire Franco-Mexicain d'Automatique et d'A...) avec le centre de recherche CINVESTAV de Guadalajara, ce modèle doit faire l'objet d'une validation sur un site de traitement des eaux urbaines.

2.1. Hypothèses de réduction

2.1.1. Tentatives de linéarisation des lois de Monod

Dans le but de réduire les non-linéarités du modèle, la linéarisation de chaque loi de Monod associée à chaque variable d'état a été étudiée. Pour cela, nous avons tracé l'allure de la loi de Monod puis nous avons sélectionné la plage de variation utilisée par les données du simulateur (annexe G) pour chaque variable d'état en phase anoxique et aérobie.

La figure 2.4 représente les plages parcourues par certaines des variables d'état : S_{NH} et S_{NO} en phase anoxique et S_{NH} , S_{NO} et S_O en phase aérobie. Les expressions de Monod liées aux autres variables d'état couvrant une plage très réduite, elles sont indiquées littéralement sous la figure 2.4. Nous constatons que les valeurs de la loi de Monod des variables d'état S_O et S_S en phase anoxique (respectivement inférieures à 0,005 et 0,232 dues à une faible concentration en composé) et des variables d'état S_S et S_{NO} en phase aérobie (respectivement inférieures à 0,124 – faible concentration en composé – et supérieures à 0,92 – forte concentration en composé) correspondent à une partie approximativement linéaire de la loi de Monod. De ce fait, la linéarisation en un unique morceau est possible. En revanche, la linéarisation est difficile à établir pour les autres cas (S_{NH} et S_{NO} en phase anoxique, S_{NH} et S_O en phase aérobie). Les zones parcourues sont en effet très incurvées, ce qui ne permet pas d'obtenir une linéarisation unique sans perte importante d'informations. Une linéarisation par morceaux (2 au minimum) serait alors nécessaire mais ceci impliquerait l'ajout de nombreux paramètres (4 × nombre de lois à linéariser au minimum). Or, dans le cadre de notre étude, l'objectif principal est de simplifier la structure du modèle tout en conservant le maximum d'information.

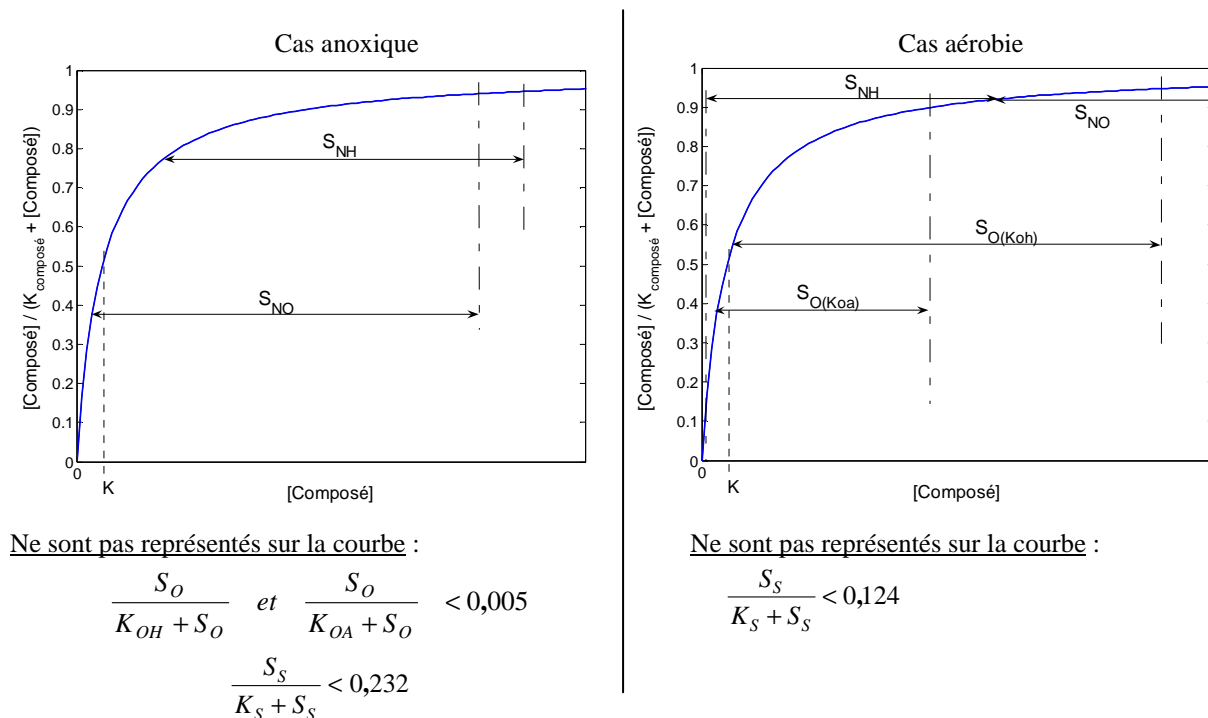


Figure 2.4 : Plage de variation du simulateur sur la loi de Monod.

Nous venons de constater que seule l'expression de Monod utilisant la variable S_S peut être linéarisée à la fois en phase anoxique et en phase aérobie, l'information apportée par la formulation de Monod ayant trop d'importance vis-à-vis de la base de données considérée pour les autres variables d'état. Or, la linéarisation de la loi de Monod n'est une solution avantageuse que lorsqu'elle peut être appliquée à l'ensemble des variables d'état. Par conséquent, comme ce n'est pas le cas pour cette étude, nous conservons l'expression de Monod sur l'ensemble des variables d'état.

2.1.2. Simplification du schéma réactionnel par rapport à ASM1

Pour représenter les composés azotés, quatre variables d'état sont utilisées dans le modèle ASM1. Les variables d'état X_{ND} , S_{ND} et S_{NH} vont être rassemblées sous une unique variable S_N telle que $S_N = X_{ND} + S_{ND} + S_{NH}$. De ce fait, les réactions d'hydrolyse de l'azote organique et d'ammonification, très complexes, sont masquées. L'indifférenciation entre les composés directement assimilables par les bactéries (S_{NH}) et ceux qui doivent subir des dégradations préalables (X_{ND} , S_{ND}) entraîne un ralentissement des cinétiques de croissance des biomasses. La variable d'état S_{NO} est conservée afin de distinguer les réactions de nitrification et de dénitrification.

De même, les variables d'état X_S et S_S sont rassemblées sous une seule variable d'état notée X_{S_S} telle que $X_{S_S} = X_S + S_S$. Ceci permet de masquer la réaction d'hydrolyse de la matière organique lentement biodégradable qui est une réaction complexe (cinétique comportant trois paramètres à identifier). Toutefois, comme dans le cas des matières azotées, l'association de X_S à S_S va ralentir la réaction de croissance de la biomasse hétérotrophe.

Nous avons choisi de ne pas tenir compte de la concentration en oxygène bien qu'elle varie au cours du temps sur les données du simulateur. En effet, elle est en général régulée par une boucle de commande ce qui réduit potentiellement l'information apportée par sa mesure en ligne.

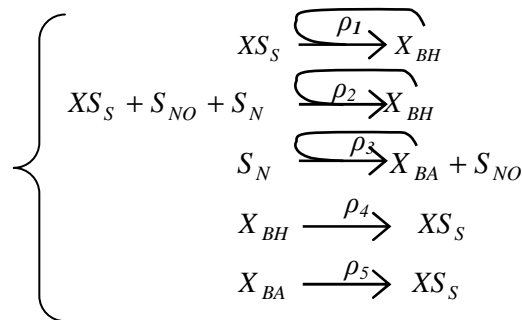
Les variables d'état représentant les composés inertes S_I et X_I sont supprimées. Ces composés ne faisant que traverser la phase de traitement secondaire (S_I se retrouve dans l'eau épurée et X_I dans les boues extraites), leur conservation pour notre étude au sein du modèle biologique n'a pas lieu d'être.

C'est également le cas de la variable d'état X_P qui est une variable d'état terminale pour le modèle biologique (uniquement cumulée).

Nous n'avons donc conservé que les réactions de croissance et de décès de la biomasse :

- la croissance de la biomasse hétérotrophe en mode anoxique (nitrification) ρ_2 et aérobie (oxydation des matières organiques biodégradables) ρ_1 ;
- la croissance de la biomasse autotrophe en mode aérobie (dénitrification) ρ_3 ;
- la mort de la biomasse hétérotrophe ρ_4 et de la biomasse autotrophe ρ_5 .

Le schéma réactionnel traduisant ces choix est le suivant :



Il comporte cinq variables d'état (XS_S , X_{BH} , X_{BA} , S_{NO} , S_N).

Ce modèle permet d'apporter les informations essentielles à l'opérateur :

- l'état de la biomasse, qui est apporté par les variables d'état X_{BH} et X_{BA} . La distinction entre ces deux variables d'état est importante puisque les biomasses représentées n'ont pas le même rôle et utilisent des composés différents ;
- le taux d'abattement de la pollution, qui est représenté par XS_S , S_N et S_{NO} .

On ne peut pas réduire davantage la modélisation des réactions biologique sans supprimer une partie de l'information sur la dépollution ou sur le comportement de la biomasse.

Une simplification supplémentaire peut être faite : la séparation en deux sous-modèles en fonction des conditions d'aération. En effet, on suppose que les conditions d'anoxie et d'aérobie de chaque zone sont valables en tout point. Deux sous-modèles distincts sont donc proposés afin de ne prendre pour chaque milieu que les cinétiques biologiques présentes et ainsi simplifier la structure des équations. Le sous-modèle de la phase anoxique (figure 2.5) comporte les cinétiques de dénitrification et de mort des biomasses. Le sous-modèle de la phase aérobie (figure 2.6) comporte les cinétiques de nitrification, d'oxydation de la matière organique biodégradable et de mort des biomasses. Afin de différencier les variables d'état du compartiment anoxique de celles du compartiment aérobie, nous utiliserons dans la suite du texte les indices *an* pour le compartiment anoxique et *ae* pour le compartiment aérobie.

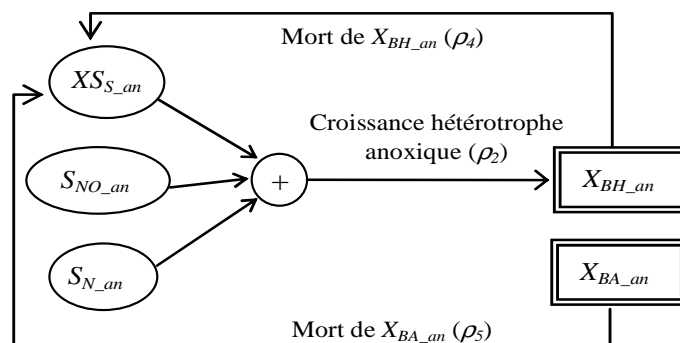


Figure 2.5 : Diagramme fonctionnel du sous-modèle associé au compartiment anoxique.

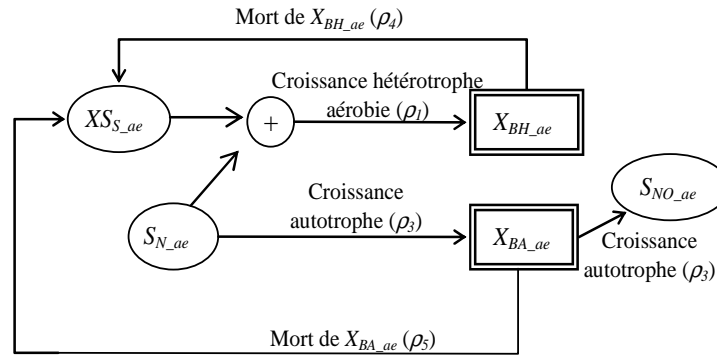


Figure 2.6 : Diagramme fonctionnel du sous-modèle associé au compartiment aérobie.

2.2. Equations du modèle réduit urbain

La vitesse biologique globale associée à la variable d'état X_{S_5} que ce soit en phase anoxique ou aérobie a été obtenue en sommant les vitesses biologiques globales des variables d'état S_5 et X_5 du modèle ASM1 de la manière suivante :

$$\begin{aligned}
 r_{X_{S_5_{an}}} &= r_{X_{S_5_{an}}} + r_{S_{S_5_{an}}} \\
 &= [(1-f_p)(\rho_4 + \rho_5) - \rho_7] + \left[-\frac{1}{Y_H} \cdot \rho_2 + \rho_7 \right] \\
 &= \underbrace{-\frac{1}{Y_H} \cdot \rho_2}_{\text{perte de } S_5} + \underbrace{(1-f_p)(\rho_4 + \rho_5)}_{\text{création de } X_5}
 \end{aligned}
 \qquad
 \begin{aligned}
 r_{X_{S_5_{ae}}} &= r_{X_{S_5_{ae}}} + r_{S_{S_5_{ae}}} \\
 &= [(1-f_p)(\rho_4 + \rho_5) - \rho_7] + \left[-\frac{1}{Y_H} \cdot \rho_1 + \rho_7 \right] \\
 &= \underbrace{-\frac{1}{Y_H} \cdot \rho_1}_{\text{perte de } S_5} + \underbrace{(1-f_p)(\rho_4 + \rho_5)}_{\text{création de } X_5}
 \end{aligned}$$

Par conséquent, les paramètres Y_H et f_p conservent leur signification physique et leur valeur du modèle ASM1.

La vitesse globale de la variable d'état S_N a été obtenue de manière identique, la quantité de matière apportée par la mort de la biomasse sur la variable d'état X_{ND} est négligée. Les paramètres Y_A et i_{XB} sont donc eux aussi maintenus à leur valeur du modèle ASM1.

Les expressions des vitesses globales pour chacun des compartiments sont donc :

$$\text{Compartiment anoxique} \left\{ \begin{array}{l} r_{XS_{-an}} = -\frac{1}{Y_H} \cdot \rho_2 + (1 - f_p) \cdot (\rho_4 + \rho_5) \\ r_{X_{BH_{-an}}} = \rho_2 - \rho_4 \\ r_{X_{BA_{-an}}} = -\rho_5 \\ r_{S_{NO_{-an}}} = -\left(\frac{1 - Y_H}{2,86 \cdot Y_H}\right) \cdot \rho_2 \\ r_{S_{N_{-an}}} = -i_{XB} \cdot \rho_2 \end{array} \right. \quad \text{Eq. 2.9}$$

$$\text{Compartiment aérobie} \left\{ \begin{array}{l} r_{XS_{-ae}} = -\frac{1}{Y_H} \cdot \rho_1 + (1 - f_p) \cdot (\rho_4 + \rho_5) \\ r_{X_{BH_{-ae}}} = \rho_1 - \rho_4 \\ r_{X_{BA_{-ae}}} = \rho_3 - \rho_5 \\ r_{S_{NO_{-ae}}} = \frac{1}{Y_A} \rho_3 \\ r_{S_{N_{-ae}}} = -i_{XB} \cdot \rho_1 - \left(i_{XB} + \frac{1}{Y_A}\right) \cdot \rho_3 \end{array} \right. \quad \text{Eq. 2.10}$$

On peut s'étonner que pour les cinétiques de croissance de la biomasse hétérotrophe ρ_1 et ρ_2 , l'azote S_N ne soit pas limitant. Nous avons conservé la définition du modèle ASM1 qui considère que l'effluent à traiter est saturé en azote (loi de Monod proche de 1) ce qui est le cas d'un effluent urbain. Cette hypothèse sera revue pour l'effluent papetier.

Afin d'adapter le modèle aux nouvelles variables d'état XS_S et S_N , certains paramètres des cinétiques doivent être redéfinis :

- les coefficients de demi-saturation K_{XS} et K_N ;
- les taux de croissance des bactéries μ_H et μ_A .

Les cinétiques pour chacun des compartiments sont donc :

$$\text{Compartiment anoxique} \left\{ \begin{array}{l} \rho_2 = \mu_H \cdot \frac{XS_{S_{-an}}}{K_{XS} + XS_{S_{-an}}} \cdot \frac{S_{NO_{-an}}}{K_{NO} + S_{NO_{-an}}} \cdot X_{BH_{-an}} \\ \rho_4 = b_H \cdot X_{BH_{-an}} \\ \rho_5 = b_A \cdot X_{BA_{-an}} \end{array} \right. \quad \text{Eq. 2.11}$$

$$\left. \begin{array}{l}
 \rho_1 = \mu_H \cdot \frac{XS_{S-ae}}{K_{XS} + XS_{S-ae}} \cdot X_{BH-ae} \\
 \rho_3 = \mu_A \cdot \frac{S_{N-ae}}{K_N + S_{N-ae}} \cdot X_{BA-ae} \\
 \rho_4 = b_H \cdot X_{BH-ae} \\
 \rho_5 = b_A \cdot X_{BA-ae}
 \end{array} \right\} \text{Eq. 2.12}$$

Compartiment aérobie

Une écriture matricielle de ces deux sous-modèles est proposée en annexe D, les paramètres utilisés sont spécifiés dans le tableau 2.2.

	Notation	Désignation
Coefficients cinétiques	μ_H	Taux maximal de croissance des bactéries hétérotrophes (j^{-1})
	μ_A	Taux maximal de croissance des bactéries autotrophes (j^{-1})
	b_H	Taux de mortalité de la biomasse hétérotrophe (j^{-1})
	b_A	Taux de mortalité de la biomasse autotrophe (j^{-1})
	K_{XS}	Coefficient de demi-saturation en substrat biodégradable ($mg_{O_2} \cdot L^{-1}$)
	K_{NO}	Coefficient de demi-saturation des nitrates-nitrites ($mg_{NO_3-N} \cdot L^{-1}$)
	K_N	Coefficient de demi-saturation de l'azote ($mg_N \cdot L^{-1}$)
Taux de conversion	f_P	Fraction de DCO inerte générée par la biomasse morte (-).
	Y_H	Taux de conversion substrat / biomasse hétérotrophe ($g_{O_2-Xbh} \cdot g_{O_2-XSs}^{-1}$).
	Y_A	Taux de conversion substrat / biomasse autotrophe ($g_{O_2-Xba} \cdot g_N^{-1}$).
	i_{XB}	Fraction d'azote dans la biomasse hétérotrophe ($g_N \cdot g_{O_2-Xbh}^{-1}$).

Tableau 2.2 : Paramètres utilisés dans le modèle réduit urbain

2.3. Validation du modèle réduit urbain

2.3.1 Mise en œuvre

L'ensemble des simulations a été réalisé sous le logiciel **Matlab 7.1**. Le procédé réel est représenté par le simulateur urbain de référence défini par le benchmark COST 624 (annexe G) pour lequel le modèle du réacteur biologique est constitué du modèle ASM1 pour la partie biologique et d'une succession de cinq compartiments parfaitement agités dont deux en conditions anoxiques et trois en conditions aérobies.

Notre modèle utilise une structure plus simple en agrégeant les bassins pour ne former qu'un unique bassin anoxique et un unique bassin aérobie (figure 2.7).

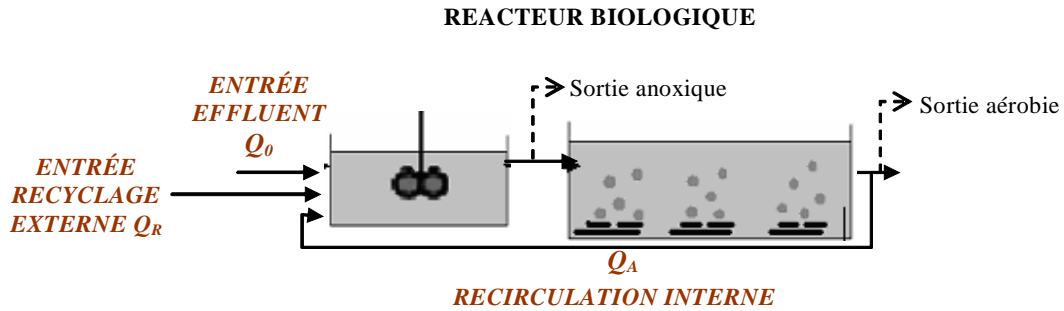


Figure 2.7 : Configuration hydrodynamique du modèle réduit urbain.

Dans les simulations qui suivent, le recyclage externe est considéré comme une entrée mesurée afin d'étudier le comportement du réacteur biologique indépendamment de l'influence du clarificateur et de sa modélisation. Le vecteur des entrées de recyclage est obtenu par simulation du modèle de référence (jeux de données $beau_{recyclage}$, $pluie_{recyclage}$, $orage_{recyclage}$), des précisions sur cette constitution sont fournies en annexe G. Les autres jeux de données utilisés ($beau_{entrée}$, $pluie_{entrée}$, $orage_{entrée}$, $beau_{réacteur}$, $pluie_{réacteur}$, $orage_{réacteur}$) sont également définis en annexe G.

Les équations du modèle réduit urbain sont :

$$\begin{cases} \frac{dZ_{anox}}{dt} = [Z_0 \cdot Q_0 + Z_R \cdot Q_R + Z_{aéro} \cdot Q_A - Z_{anox} \cdot (Q_0 + Q_R + Q_A)] / V_{anox} + r_{Z_{anox}} \\ \frac{dZ_{aéro}}{dt} = [Z_{anox} \cdot (Q_0 + Q_R + Q_A) - Z_{aéro} \cdot (Q_0 + Q_R + Q_A)] / V_{aéro} + r_{Z_{aéro}} \end{cases} \quad \text{Eq. 2.13}$$

où $Z = [XS_S \ X_{BH} \ X_{BA} \ S_{NO} \ S_N]$.

Z_{anox} est le vecteur d'état du compartiment anoxique.

$Z_{aéro}$ est le vecteur d'état du compartiment aérobie.

Z_0 représente les concentrations des composés dans l'effluent d'entrée.

Z_R représente les concentrations des composés de la boucle de recyclage externe (biomasse provenant du clarificateur secondaire).

Z_A représente les concentrations des composés de la boucle de recirculation interne.

Q_0 , Q_R , Q_A sont les débits volumiques respectifs de l'effluent, du recyclage externe, de la recirculation interne.

V_{anox} , $V_{aéro}$ sont les volumes respectifs des compartiments anoxique et aérobie.

$r_{Z_{anox}}$, $r_{Z_{aéro}}$ représentent l'apport des phénomènes biologiques respectivement pour le compartiment anoxique et le compartiment aérobie (Eq. 2.11 et 2.12).

2.3.2 Identification des paramètres

L'identification a été réalisée à l'aide d'une méthode d'optimisation (Levenberg-Marquardt), le critère adopté étant le critère des moindres carrés moyenné donné par :

$$J = \sum_{j=1}^p \left(\frac{\sum_{k=1}^n (y_{j,mes}(k) - y_{j,sim}(k))^2}{n} \right) \quad \text{Eq. 2.14}$$

où $y_{j,mes}$ est la mesure j

$y_{j,sim}$ est la sortie j du modèle.

p est le nombre de sorties du modèle.

n est le nombre de points de mesures.

On considère que toutes les variables d'état du modèle sont mesurées. Des onze paramètres du modèle réduit urbain, seuls les paramètres μ_H , μ_A , K_{XS} et K_N sont identifiés sur la base de données $beau_{entrée}$, les autres conservent leur valeur d'origine du modèle ASM1, comme justifié dans le paragraphe 2.2. Les valeurs des paramètres identifiés sont indiquées dans le tableau 2.3.

Paramètres	Valeur identifiée	Valeur du modèle ASM1	Unités
K_{XS}	568	10	($\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$)
K_N	13,2	1	($\text{mg}_N \cdot \text{L}^{-1}$)
μ_H	3,89	4	(j^{-1})
μ_A	0,55	0,5	(j^{-1})

Tableau 2.3 : Valeurs des paramètres du modèle réduit urbain après identification.

Nous constatons que K_{XS} a très fortement augmenté du fait de la nouvelle variable d'état XS_S . Il est possible de calculer un ordre de grandeur de K_{XS} de manière directe en remarquant que la loi de Monod sur XS_S et l'ancienne loi de Monod sur S_S doivent conserver la même valeur moyenne. On en déduit l'expression de K_{XS} :

$$K_{XS} = K_S \cdot \left(1 + \frac{X_S}{S_S} \right) = 10 \cdot \left(1 + \frac{76}{1,46} \right) = 540 \text{ mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1} \quad \text{Eq. 2.15}$$

Les valeurs sont prises au point de fonctionnement statique pour le compartiment anoxique. Les résultats sont similaires sur le compartiment aérobie. Cette valeur calculée ($540 \text{ mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$), très proche de la valeur identifiée ($568 \text{ mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$), justifie donc la valeur identifiée.

Le même calcul effectué sur les lois de Monod des variables d'état S_N et S_{NH} nous conduit à obtenir une valeur pour le paramètre K_N beaucoup plus faible de l'ordre de $3 \text{ mg}_N \cdot \text{L}^{-1}$ que la valeur identifiée ($132 \text{ mg}_N \cdot \text{L}^{-1}$). Cette différence peut s'expliquer soit par la non prise en compte de la

dynamique dans le calcul de l'ordre de grandeur, soit par une faible identifiabilité de ce paramètre. Dans ces deux cas, la dynamique de la cinétique ρ_3 risque d'être modifiée et donc d'entraîner une mauvaise représentation des variables d'état liées au traitement de l'azote.

Les taux de croissance μ_H et μ_A restent très proches de leur valeur d'origine. La remarque posée au paragraphe 2.1.2 sur le ralentissement des cinétiques de croissance des biomasses est vérifiée pour le paramètre μ_H (valeur identifiée inférieure à la valeur du modèle ASM1). En revanche, le fait que la valeur de μ_A soit supérieure à la valeur de référence laisse présager des difficultés lors de l'identification de ce paramètre. Nous approfondirons les problèmes d'identifiabilité paramétrique soulevés ici par une étude de sensibilité des états par rapport aux paramètres lors de l'étude de l'application du modèle réduit urbain au cas papetier.

2.3.3 Validation

Le modèle réduit a été validé sur le jeu de données *orage_entrées*, jeu de données différent de celui ayant été utilisé pour l'identification. Seuls les derniers jours de la simulation sont représentés afin de mettre en évidence les phénomènes orageux se produisant entre les instants $t = 23$ j et $t = 27$ j (figures 2.8 et 2.9). Le comportement des variables d'état est très proche de celui du modèle de référence même durant la période de perturbation due aux orages. Les dynamiques autant que les amplitudes des variations sont très bien conservées. En revanche, la dynamique de la variable d'état $S_{NO_{ae}}$ n'est pas satisfaisante ce qui rejoint les problèmes d'identifiabilité soulevés précédemment.

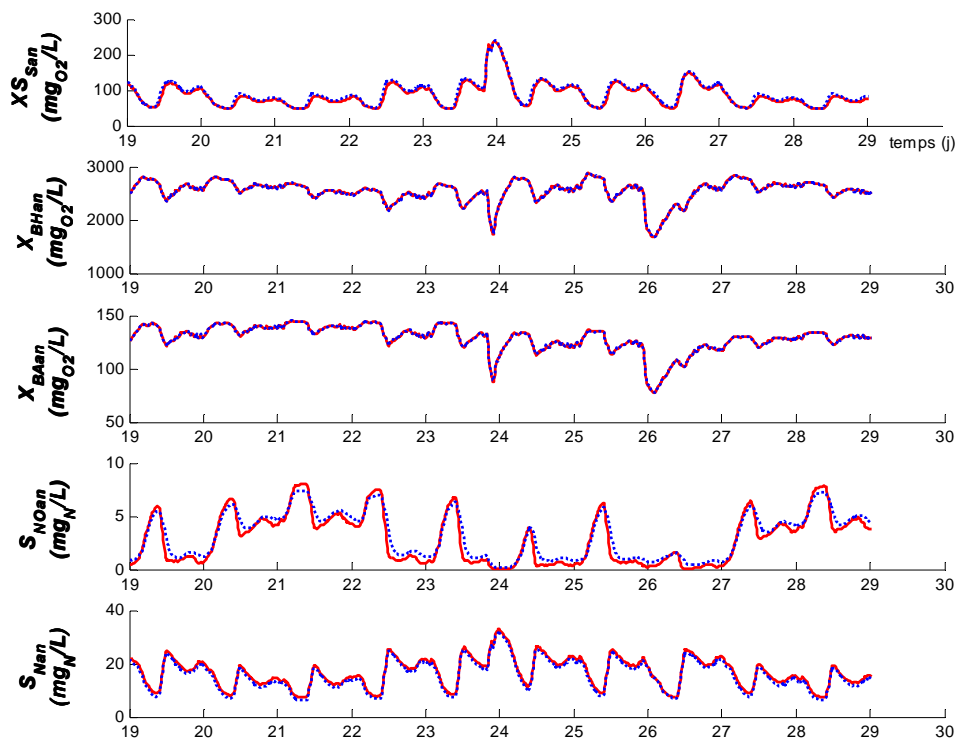


Figure 2.8 : Validation du modèle réduit urbain sur le jeu de données *orage_entrée* – Compartiment anoxique (trait plein : modèle de référence, pointillés : modèle réduit urbain).

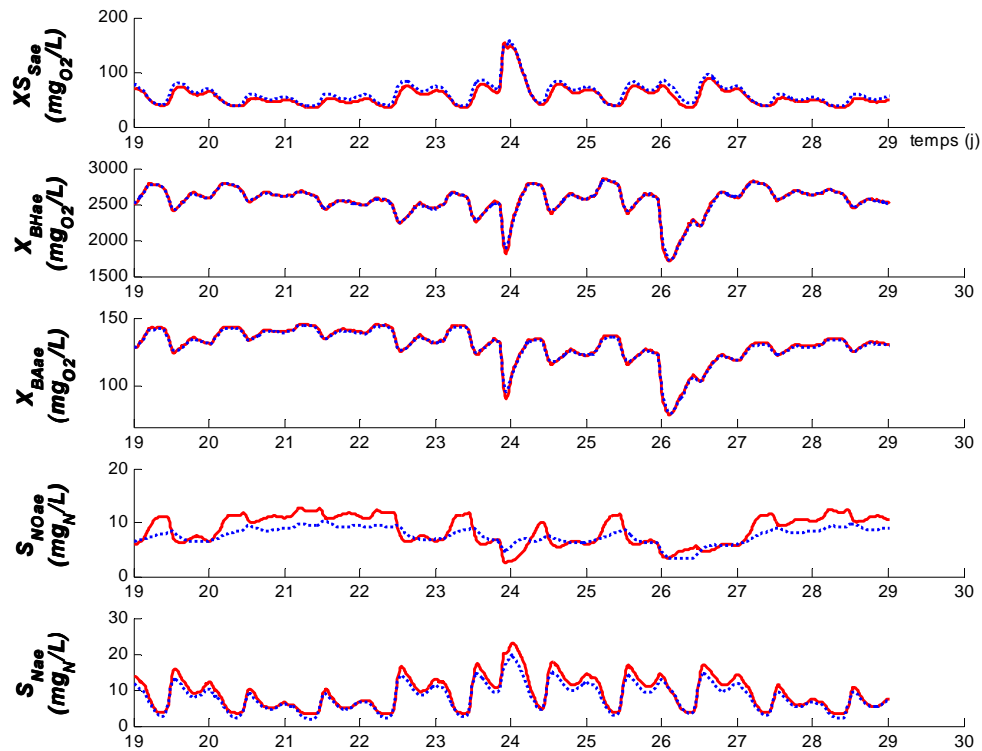


Figure 2.9 : Validation du modèle réduit urbain sur le jeu de données orage_entrée – Compartiment aérobie (trait plein : modèle de référence, pointillés : modèle réduit urbain).

Ces remarques sont renforcées par l'information apportée par les erreurs relatives moyennes sur chacune des variables d'état (tableau 2.4). Les variables d'état X_{BH} et X_{BA} ainsi que X_{S_S} et S_N présentent peu de différence avec le modèle de référence. On voit nettement que l'erreur relative moyenne de S_{NO_ae} est importante. Cette erreur semble due à un manque de dynamique qui peut être la conséquence de la concaténation de S_N . Les écart-types sur chacune des variables d'état sont cependant raisonnables.

		X_{S_S}	X_{BH}	X_{BA}	S_{NO}	S_N
Phase anoxique	erreur relative moyenne	5,5 %	0,22 %	0,20 %	50,5 %	6,6 %
	écart-type	6,1	8,02	0,39	0,67	0,99
Phase aérobie	erreur relative moyenne	9,6 %	0,34 %	0,59 %	16,3 %	14,1 %
	écart-type	6,38	14,55	0,93	1,88	1,42

Tableau 2.4 : Erreurs relatives moyennes et écart-type des variables d'état lors de la validation du modèle réduit urbain

Au vu de cette validation, certains résultats sur le traitement de l'azote sont à approfondir. Le modèle réduit urbain doit encore être étudié dans cette optique.

3. Peut-on appliquer le modèle réduit urbain à un effluent papetier ?

Nous allons maintenant étudier l'applicabilité du modèle réduit urbain proposé précédemment au cas des effluents papetiers. Pour que ce modèle soit applicable, une condition nécessaire est que les paramètres soient identifiables. Pour déterminer ce dernier point, nous avons mené une étude d'identifiabilité pratique des paramètres. Nous mettons en œuvre les fonctions de sensibilité afin de définir le nombre de paramètres ayant une influence prépondérante sur les sorties du modèle réduit et devant être identifiés. Cette étude permet de prévoir à l'avance une démarche pour valider le modèle de manière efficace et d'en connaître les limites au niveau de la précision alors que nous ne disposons pas de mesures papetières.

3.1. Objectifs des études d'identifiabilité

La réalisation d'une étude d'identifiabilité pratique peut être menée pour répondre à deux objectifs différents :

- *objectif 1* : déterminer si, disposant d'un jeu de mesures réelles comportant des imperfections spécifiques au procédé modélisé (dans notre cas manque de précision, dynamique insuffisante), il est possible de déterminer un jeu de paramètres optimal minimisant un critère traduisant l'écart entre les mesures réelles et les mesures estimées par le modèle. Il est donc tout à fait envisageable d'obtenir un modèle identifiable théoriquement (de manière structurelle) mais pour lequel l'identifiabilité pratique devient très difficile ;
- *objectif 2* : déterminer les paramètres ayant la plus grande influence sur les sorties du modèle et proposer une classification de ceux-ci en se reposant sur le constat suivant : plus une variable d'état est sensible à la variation de l'un des paramètres, plus celui-ci doit être connu avec précision. Cette étude permet de déterminer les paramètres les plus importants et est largement utilisée préalablement à l'identification des modèles biologiques [Weijers et Vanrolleghem, 1997 ; Dochain *et al.*, 2001 ; Brun *et al.*, 2002 ; Smets *et al.*, 2002 ; Baraňao et Hall, 2004].

Souhaitant déterminer les paramètres devant être identifiés dans le cas d'un effluent papetier, nous plaçons ici dans le cadre de ce deuxième objectif.

Les fonctions de sensibilité représentent l'influence des variations de l'un des paramètres sur les variables de sortie et sont définies par la dérivée partielle de la variable de sortie par rapport au paramètre. L'information apportée par les fonctions de sensibilités est de deux ordres :

- *information sur l'influence des paramètres* : les fonctions de sensibilité sont calculées pour différentes variations des paramètres autour de leurs valeurs nominales tandis que les valeurs des variables de sortie sont fixes et égales à un point d'équilibre. De cette manière,

il est possible de déterminer l'influence de chacun des paramètres sur les sorties du modèle et donc de classer les paramètres suivant leur importance. Ce classement définit un ordre de priorité pour l'identification ;

- *information sur la qualité de l'identification* : les fonctions de sensibilité sont ici calculées pour une valeur de paramètre fixe et égale à sa valeur nominale mais pour un jeu de données dynamiques. L'allure de la courbe de sensibilité en fonction du temps permet de choisir la ou les plages de temps pendant lesquelles l'identification d'un paramètre sera la plus précise. En effet, plus une fonction de sensibilité présente une amplitude élevée sur certaines périodes de temps, plus l'identification du paramètre sera précise en cet endroit [Béteau, 1992].

3.2. Mise en œuvre

Etant donné l'absence de phase anoxique dans le cas du traitement des effluents papetiers considérés, cette étude est uniquement réalisée sur la partie aérobie du modèle réduit urbain.

Expression des fonctions de sensibilité

Les fonctions de sensibilité ont été calculées pour l'ensemble des variables d'état et des paramètres du modèle réduit urbain. Etant donné l'expression sous forme d'équations différentielles du vecteur d'état, les fonctions de sensibilité sont intégrées sous la forme :

$$\frac{dS_{Z_j,p}}{dt} = \frac{d}{dt} \left(\frac{\bar{p}}{\bar{Z}_j} \cdot \frac{\delta Z_j}{\delta p} \right) = \frac{\bar{p}}{\bar{Z}_j} \cdot \left[\frac{\delta}{\delta p} \left(\frac{dZ_j}{dt} \right) \right] \quad \text{Eq. 2.16}$$

où $S_{Z_j,p}$ est la fonction de sensibilité de la variable d'état Z_j associée au paramètre p .

\bar{p} et \bar{Z} sont les valeurs nominales respectives de p et Z permettant de normaliser la fonction de sensibilité afin de ne pas influencer les résultats par la différence d'échelle des paramètres et des variables d'état.

Définition du point d'équilibre

Le point d'équilibre pour l'étude est obtenu en appliquant comme entrée du modèle réduit urbain le point initial des jeux de données $beau_{entrée}$ et $beau_{recyclage}$; les valeurs des variables d'état sont répertoriées dans le tableau 2.5.

X_{S_S} (mg _{O2} .L ⁻¹)	X_{BH} (mg _{O2} .L ⁻¹)	X_{BA} (mg _{O2} .L ⁻¹)	S_{NO} (mg _N .L ⁻¹)	S_N (mg _N .L ⁻¹)
50,19	2559	150	10,4	5,94

Tableau 2.5 : Valeurs des variables d'état au point d'équilibre.

Variations des paramètres

Les valeurs nominales des paramètres (tableau 2.6) sont celles obtenues à l'issue de l'identification précédente (paragraphe 2.3.2). Les variations des paramètres ont été effectuées par pas de 10 %, dans la gamme de 50 % à 150 % de leur valeur nominale. Les valeurs extrêmes de la gamme parcourue par chaque paramètre sont également indiquées sur le tableau 2.6.

Paramètre	Valeur nominale	Valeur minimale	Valeur maximale	Unité
Y_H	0,67	0,335	1,00	$g_{O_2_Xbh} \cdot g_{O_2_Ss}^{-1}$
Y_A	0,24	0,12	0,36	$g_{O_2_Xba} \cdot g_N^{-1}$
f_p	0,08	0,04	0,12	-
i_{XB}	0,08	0,04	0,12	$g_N \cdot g_{O_2}^{-1}$
b_H	0,3	0,15	0,45	j^{-1}
b_A	0,05	0,025	0,075	j^{-1}
K_{NO}	0,5	0,25	0,75	$mg_{NO_3-N} \cdot L^{-1}$
K_N	13,2	6,6	19,8	$mg_{NH_4-N} \cdot L^{-1}$
K_{XS}	568	284	852	$mg_{O_2} \cdot L^{-1}$
μ_H	3,89	1,94	5,83	j^{-1}
μ_A	0,55	0,27	0,82	j^{-1}

Tableau 2.6 : Valeurs nominales, minimales et maximales des paramètres du modèle réduit urbain.

3.3. Résultats et discussion

La figure 2.10 présente les fonctions de sensibilité pour la variable d'état XS_S du modèle réduit urbain en mode aérobie. La figure de gauche montre que quatre paramètres (Y_H , b_H , f_p et μ_H) influent principalement sur l'évolution de la variable d'état XS_S . Ils sont directement liés aux réactions biologiques agissant sur la concentration en matière organique biodégradable. En effet, ayant une grande influence sur la variable d'état XS_S , une erreur d'estimation entraînerait un biais important sur cette variable d'état. Les autres paramètres (Y_A , i_{XB} , b_A , μ_A , K_{XS} , K_N et K_{NO}) sur la figure de droite influencent peu la variable d'état XS_S , ils ne peuvent être identifiés grâce à la variable d'état XS_S .

La même démarche est faite pour l'ensemble des variables d'état. Quatre classes ont été définies selon la valeur de la fonction de sensibilité ce qui permet de synthétiser les résultats de manière visuelle sur le tableau 2.7.

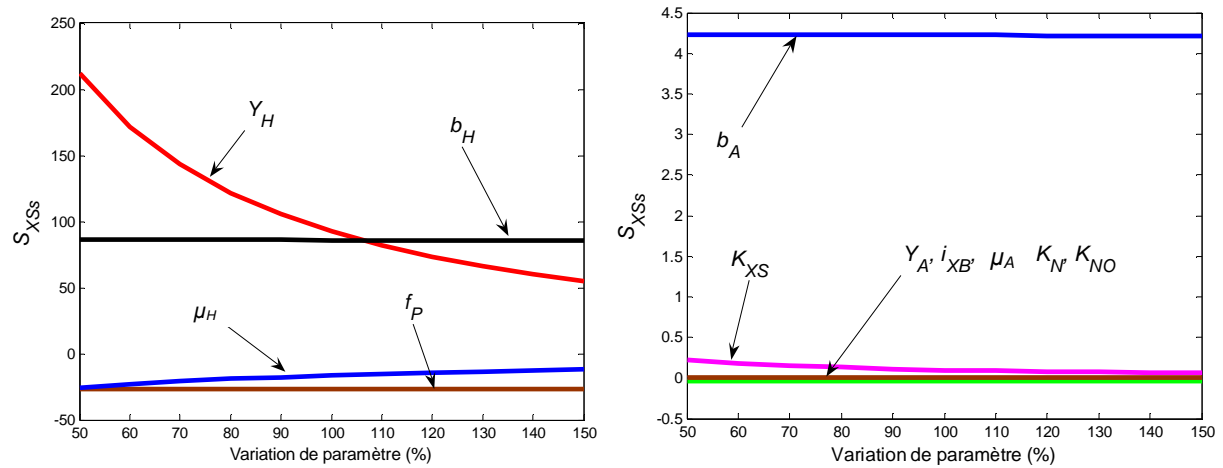


Figure 2.10 : Sensibilité de la variable d'état X_{Ss} par rapport aux paramètres dans le compartiment aérobie.

	Y_H	Y_A	f_P	i_{XB}	μ_H	μ_A	b_H	b_A	K_N	K_{XS}	K_{NO}
S_{XSs}	■	□	■	□	■	□	■	■	□	□	□
S_{Xbh}	■	□	■	□	■	□	■	■	□	□	□
S_{Xba}	■	■	□	■	□	■	■	■	□	□	□
S_{Sno}	■	■	■	■	□	■	■	□	□	□	□
S_{Sn}	■	■	■	■	□	■	■	□	□	□	□

Tableau 2.7 : Sensibilité au point d'équilibre des variables d'état du modèle réduit urbain en milieu aérobie.

Légende :

□	$ \text{sensibilité} < 1$
■ (light)	$1 \leq \text{sensibilité} < 10$
■ (medium)	$10 \leq \text{sensibilité} < 100$
■ (dark)	$100 \leq \text{sensibilité} $

De ce tableau, on peut voir que :

- les coefficients de demi-saturation ont une influence négligeable sur les variables d'état. Leur identification pourra être envisagée en dernier et les valeurs précédemment identifiées sont a priori suffisantes ;
- μ_A a une faible incidence, ce qui confirme les remarques posées lors de l'identification paramétrique (paragraphe 2.3.2) ;
- les huit autres paramètres ($Y_H, Y_A, f_P, i_{XB}, \mu_H, b_H$ et b_A) sont influents, les trois paramètres qui ressortent sont Y_H, i_{XB} et b_H .

Par ailleurs, on peut observer un premier groupe de fonctions de sensibilité S_{XSs} et S_{Xbh} pour lequel l'influence des paramètres Y_H, f_P, μ_H, b_H est prépondérante. Ces paramètres semblent fortement corrélés, Y_H et b_H étant les plus facilement identifiables.

Le deuxième groupe de fonctions de sensibilité $S_{X_{ba}}$, S_{S_n} et S_{S_i} montre une influence plus homogène des paramètres sur les variables d'état. Ce manque de discernement entre les paramètres risque d'entraîner plusieurs jeux de solutions.

Si l'on souhaite conserver ce modèle, il est nécessaire d'affiner l'étude des fonctions de sensibilité et surtout de disposer d'une base de données riche en information, ce qui sera déterminant pour obtenir un modèle suffisamment précis. Nous pouvons remarquer que les fonctions de sensibilité mises en cause correspondent au traitement de l'azote qui est spécifiquement urbain. Par conséquent, pour le traitement des effluents papetiers, simplifier ce modèle en sélectionnant les phénomènes spécifiques devrait augmenter sa pertinence.

4. Proposition d'un modèle papetier

4.1. Ecriture du modèle papetier

4.1.1. Hypothèses de réduction

Phase de traitement

Le traitement des effluents papetiers ne s'effectue qu'en phase aérobie. Par conséquent, seul le sous-modèle correspondant à la zone aérobie, défini lors de l'étude préliminaire, est conservé.

Choix des variables d'état

Dans l'effluent urbain, S_N représentait la pollution azotée à éliminer. L'azote présent en très faible quantité dans un effluent papetier se trouve sous forme d'azote ammoniacal et plus minoritairement de nitrates et nitrites. En revanche, l'azote organique est absent. Pour le traitement de l'effluent papetier, l'azote ammoniacal devient donc un nutriment et non plus un composé polluant à traiter. Cette information est donc conservée car elle constitue un bon indicateur de l'état de la biomasse et est facilement mesurable en ligne. Nous utilisons par conséquent la variable d'état S_{NH} telle qu'elle est définie dans le modèle ASM1 à la place de la variable S_N du modèle réduit urbain.

Par ailleurs, comme le montre la figure 2.11, l'azote ammoniacal n'est transformé en nitrates-nitrites que par l'intermédiaire de la biomasse autotrophe lors de la réaction de nitrification. Or, cette biomasse se développe lentement et n'est présente que pour des âges de boues élevés, ce qui n'est pas le cas de notre étude. De plus, la quantité d'azote ammoniacal n'est pas assez importante pour permettre la croissance de cette biomasse. Nous faisons donc l'hypothèse de l'absence de biomasse autotrophe au sein de la liqueur mixte.

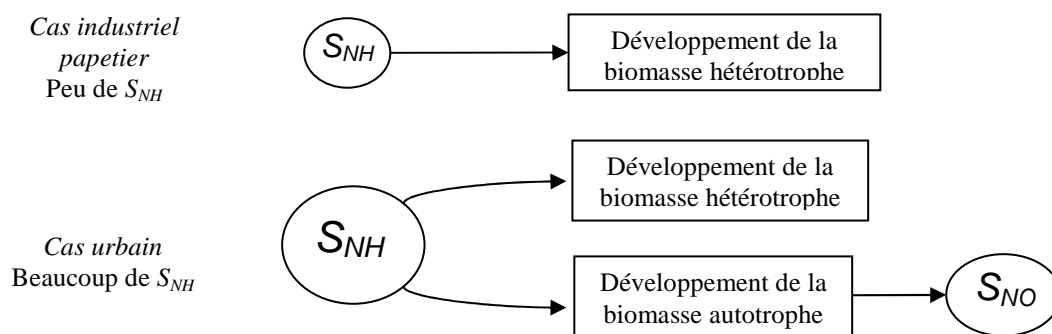


Figure 2.11 : Utilisation de l'azote ammoniacal suivant la quantité présente dans l'effluent.

De cette première hypothèse en découle une seconde : les nitrates-nitrites n'étant produits que par l'intermédiaire de la biomasse autotrophe, nous négligeons également leur présence au sein du procédé de traitement.

Remarque : la validation de ces deux hypothèses est présentée au chapitre 4.

Par ailleurs, lors de l'étude préliminaire sur effluent urbain, la concentration en oxygène dissous a été supposée sans influence sur les cinétiques de réactions propre à chaque phase, anoxique ou aérobie. Dans le cadre de notre étude, le modèle développé doit permettre de simuler le maximum de comportements physiquement envisageables sur le procédé. Les problèmes spécifiques au manque d'oxygène ou à la suroxygénation devant être détectés, la variable d'état S_O est réintroduite dans le modèle papetier. De plus, ceci permet d'obtenir une variable d'état supplémentaire facilement mesurable, ce qui représente un atout pour l'utilisation du modèle en observation.

Limitation des nutriments

L'azote ammoniacal est un composé essentiel au métabolisme des bactéries hétérotrophes. Sans ce composé, la réaction d'oxydation de la matière organique biodégradable est fortement ralentie. Pour tenir compte de ce phénomène et se retrouver au plus proche de la réalité, nous avons choisi d'introduire la variable d'état S_{NH} dans l'équation de la cinétique d'oxydation des matières organique biodégradable sous la forme d'une loi de Monod. Cette modification du modèle ASM1 est également proposée dans le modèle ASM2 [Henze et al., 2000].

4.1.2. Equations du modèle papetier

Les hypothèses énoncées ci-dessus permettent d'établir un modèle dont le nombre de variables d'état et de cinétiques biologiques est très restreint. Du fait de la seule présence de la biomasse hétérotrophe, seules deux cinétiques biologiques sont à prendre en compte :

- la croissance de la biomasse hétérotrophe au travers de la réaction d'oxydation de la matière organique biodégradable ;
- la mort de la biomasse hétérotrophe.

Ceci se traduit par les équations :

$$\begin{cases} \rho_1 = \mu_h \cdot \frac{XS_S}{K_S + XS_S} \cdot \frac{S_O}{K_{OH} + S_O} \cdot \frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \cdot X_{BH} \\ \rho_4 = b_H \cdot X_{BH} \end{cases} \quad \text{Eq. 2.17}$$

Les vitesses biologiques globales sont alors données par :

$$\begin{cases} r_{XS_S} = -\frac{1}{Y_H} \cdot \rho_1 + (1 - f_p) \cdot \rho_4 \\ r_{X_{BH}} = \rho_1 - \rho_4 \\ r_{S_{NH}} = -i_{XB} \cdot \rho_1 \\ r_{S_O} = -\left(\frac{1 - Y_H}{Y_H}\right) \cdot \rho_1 \end{cases} \quad \text{Eq. 2.18}$$

Une écriture matricielle de ce modèle est proposée en annexe D.

Le modèle biologique comporte donc quatre variables d'état dont deux pouvant être facilement mesurées en ligne (S_{NH} et S_O) et huit paramètres (trois paramètres stoechiométriques et cinq paramètres cinétiques).

Le modèle complet s'écrit donc :

$$\begin{cases} \frac{dXS_S}{dt} = [XS_{S_0} \cdot Q_0 + XS_{S_r} \cdot Q_r - XS_S \cdot (Q_0 + Q_r)]/V + r_{XS_S} \\ \frac{dX_{BH}}{dt} = [X_{BH_0} \cdot Q_0 + X_{BH_r} \cdot Q_r - X_{BH} \cdot (Q_0 + Q_r)]/V + r_{X_{BH}} \\ \frac{dS_{NH}}{dt} = [S_{NH_0} \cdot Q_0 + S_{NH_r} \cdot Q_r - S_{NH} \cdot (Q_0 + Q_r)]/V + r_{S_{NH}} \\ \frac{dS_O}{dt} = [S_{O_0} \cdot Q_0 + S_{O_r} \cdot Q_r - S_O \cdot (Q_0 + Q_r)]/V + r_{S_O} + k_1 a \cdot (S_O^* - S_O) \end{cases} \quad \text{Eq. 2.19}$$

où $Z_0 = [XS_{S_0} \ X_{BH_0} \ S_{NH_0} \ S_{O_0}]$ représente les concentrations des composants dans l'effluent entrant.

$Z_R = [XS_{S_r} \ X_{BH_r} \ S_{NH_r} \ S_{O_r}]$ représente les concentrations des composants dans la boucle de recyclage.

$Z = [XS_S \ X_{BH} \ S_{NH} \ S_O]$ est le vecteur d'état.

V le volume du réacteur (m^3).

r_j les réactions biologiques intervenant sur chacune des variables d'état.

$k_{i,a}$ le coefficient de transfert de l'oxygène (j^{-1}).

S_O^* la concentration de saturation en oxygène dissous ($mg_{O_2} \cdot L^{-1}$).

4.1.3 Pré-identification des paramètres

L'étude de sensibilité paramétrique précédente nous permet d'identifier Y_H et b_H puis f_P , i_{XB} et μ_H et enfin la constante de demi-saturation K_{XS} , les constantes de demi-saturation restantes ont été conservées à leur valeur du modèle ASM1. En attendant l'obtention des bases de données papetières, nous avons choisi d'identifier le modèle réduit papetier sur les jeux de données urbains $beau_{entrée}$ et $beau_{aérobie}$. Même si les conditions de fonctionnement représentées ne sont pas identiques, cette simulation permet d'obtenir un jeu de paramètres de départ. Les valeurs des paramètres identifiés sont indiquées dans le tableau 2.8. Les valeurs des paramètres Y_H et b_H sont restées relativement proches de celles du modèle ASM1. En revanche, l'absence des variables d'état X_{BA} , S_{NO} , S_{ND} et X_{ND} est absorbée par la variation des paramètres f_P (diminution pour compenser l'apport manquant de biomasse autotrophe morte sur la variable d'état X_{S_S}) et i_{XB} (diminution pour compenser l'apport manquant de la réaction d'ammonification). Les variations des paramètres μ_H et K_{XS} sont dues aux hypothèses de réduction du modèle (concaténation des variables S_S et X_S , ajout d'une limitation par S_{NH} de la cinétique d'oxydation de la matière organique biodégradable).

Paramètres	Valeur identifiée	Valeur du modèle ASM1	Unités
Y_H	0,65	0,64	$(g_{O_2_Xbh} \cdot g_{O_2_Ss}^{-1})$
f_P	0,04	0,08	(-)
i_{XB}	0,056	0,08	$(g_N \cdot g_{O_2}^{-1})$
μ_H	3,53	4	(j^{-1})
b_H	0,53	0,3	(j^{-1})
K_{XS}	129	10	$(g_{O_2_XSs} \cdot g_{O_2_Xbh}^{-1})$
K_{OH}	0,2	0,2	$(mg_{O_2} \cdot L^{-1})$
K_{NH}	1	1	$(mg_{NH_3-N} \cdot L^{-1})$

Tableau 2.8 : Valeurs des paramètres du modèle papetier après identification sur la base de données $beau_{aérobie}$.

4.2. Analyse du modèle

4.2.1. Etude de la cohérence du modèle

Nous avons tout d'abord vérifié qu'en cas de carence d'un des composés, l'activité biologique devient nulle et seule l'hydrodynamique intervient. Nous avons ensuite défini de manière exhaustive les perturbations pouvant intervenir sur :

- l'entrée du bioréacteur par la composition de l'effluent ;
- le bioréacteur lui-même par les variations de concentration en biomasse et en oxygène dissous.

Pour chaque cas, une simulation a été effectuée puis comparée au comportement réel attendu, cette comparaison est uniquement qualitative et non quantitative. Les résultats sont indiqués dans le tableau 2.9. Au vu de ces résultats, le modèle proposé est capable de représenter une large gamme de fonctionnements du procédé de traitement, comprenant également certains dysfonctionnements graves (absence d'oxygène par exemple). Ceci permet de garantir la cohérence des informations apportées par le modèle pour l'outil d'aide à la décision, même en cas d'éventuels dérives du modèle.

Nature de la perturbation	Comportement observé en simulation	Adéquation avec le comportement réel attendu
Augmentation de X_{S_S} au sein de l'effluent.	Augmentation de la croissance de la biomasse d'où une hausse importante de X_{BH} se stabilisant à une nouvelle valeur d'équilibre. Diminution de S_{NH} et S_O qui deviennent alors limitants pour la croissance des bactéries.	OUI
Diminution de X_{S_S} au sein de l'effluent.	Croissance de la biomasse limitée d'où une baisse importante de X_{BH} . Augmentation de S_{NH} et S_O .	OUI
Augmentation de S_{NH} au sein de l'effluent.	Augmentation de la croissance de la biomasse d'où une hausse de X_{BH} se stabilisant à une nouvelle valeur d'équilibre Très légère baisse de X_{S_S} et S_O .	OUI
Diminution de S_{NH} au sein de l'effluent.	Croissance de la biomasse limitée par l'absence de S_{NH} d'où une baisse importante de X_{BH} . Augmentation importante de X_{S_S} et S_O .	OUI
Diminution de X_{BH} dans le réacteur.	Réactions biologiques fortement réduite d'où une augmentation de l'ensemble des substrats (X_{S_S} , S_{NH} , S_O).	OUI
Diminution de S_O dans le réacteur et passage en mode anoxie.	Croissance de la biomasse limitée d'où une baisse de X_{BH} . Augmentation de X_{S_S} et S_{NH} .	OUI

Tableau 2.9 : Cohérence du comportement du modèle papetier en cas de perturbation.

4.2.2. Analyse du domaine de validité du modèle papetier par la méthode ACP

Pour compléter l'étude sur la cohérence du modèle, nous allons analyser le domaine de validité du modèle réduit papetier en analysant les propriétés statistiques du modèle de référence en différents points de fonctionnement et en comparant les résultats à la structure du modèle réduit.

Technique d'analyse statistique, la méthode d'Analyse en Composantes Principales (ACP) permet de déceler les liens existants entre les individus constituant un ensemble de données multidimensionnelles afin de comprendre leur interaction. Une description de la méthode ACP est proposée en annexe E.

Une base de données constituée de 2520 points d'équilibre différents a été construite. Pour cela, des perturbations sous forme d'échelon ont été appliquées aux variables d'entrée non nulles du modèle de référence en conditions nominales en ne considérant que les conditions aérobies pour être conforme au traitement des effluents papetiers. Dix échelons différents ont été réalisés pour chaque variable d'entrée, le nombre de simulations a été augmenté en combinant les perturbations deux à deux. Les points d'équilibre obtenus dans le réacteur (variables d'entrée du modèle, valeurs des variables d'état en sortie du dernier compartiment aérobie) ont alors été sauvegardés.

L'analyse en composante principale montre que les trois premières composantes principales contiennent 70% de l'information du modèle de référence (figure 2.12). Nous présenterons donc dans cette étude les cercles de corrélation associés à ces trois composantes (figures 2.13 et 2.14). Les variables d'indice 0 correspondent aux variables d'entrée du modèle, les autres variables sont les variables d'état en sortie du dernier compartiment aérobie. Les regroupements de variables d'état ont été mis en évidence par des encadrements.

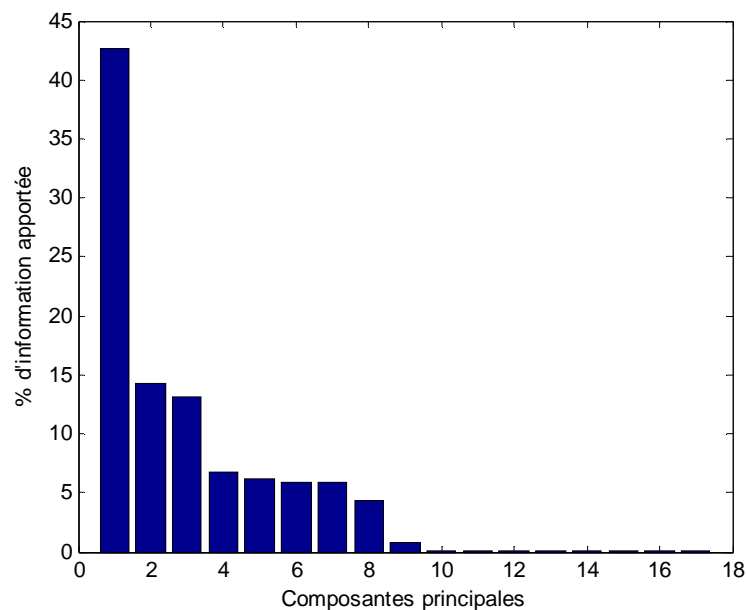


Figure 2.12 : Pourcentage d'information apportée par chaque composante principale.

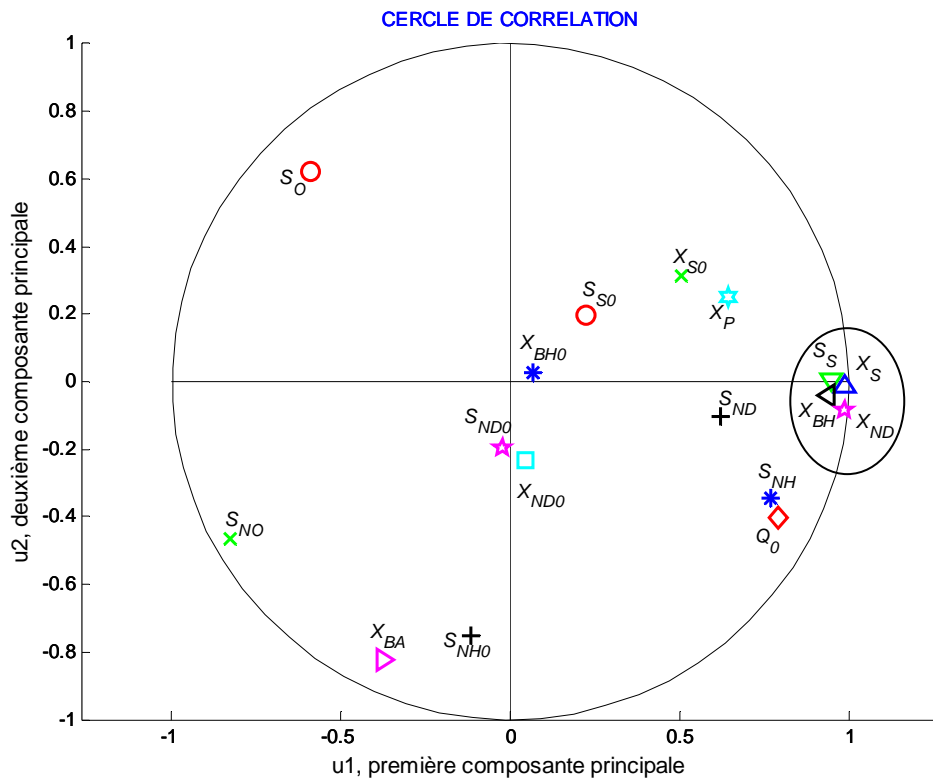


Figure 2.13 : Cercle de corrélation de la première et de la seconde composantes principales.

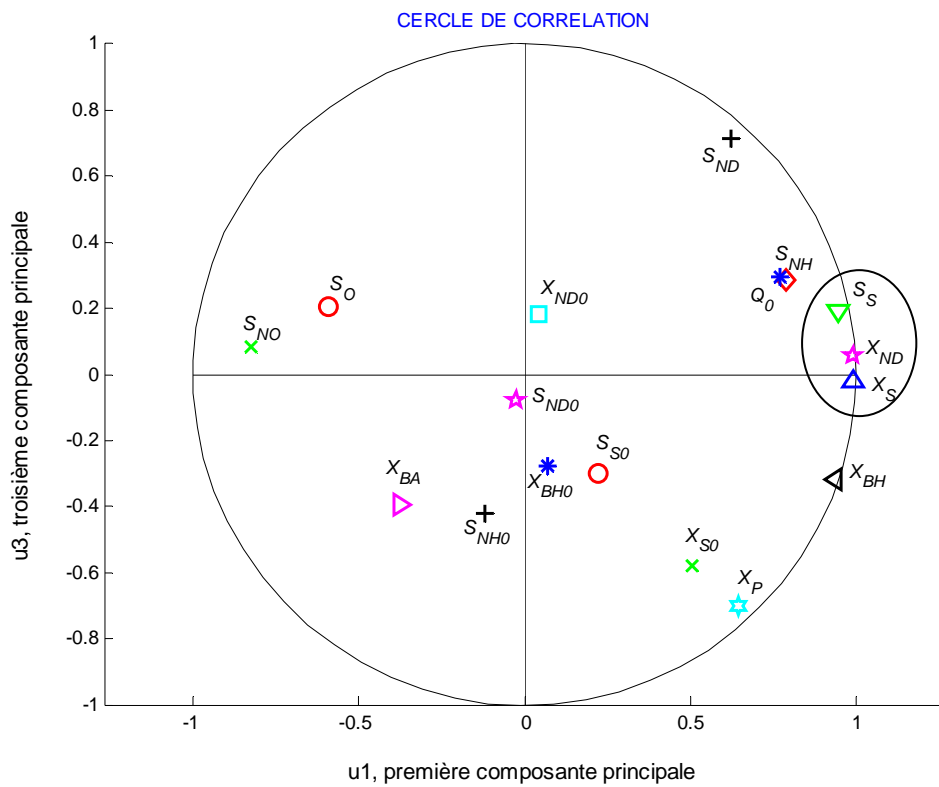


Figure 2.14 : Cercle de corrélation de la première et de la troisième composantes principales.

Un regroupement de variables d'état est observé sur chacun des cercles :

- groupe du cercle u1 / u2 : S_S , X_S , X_{BH} , X_{ND} ;
- groupe du cercle u1 / u3 : S_S , X_S , X_{ND} .

Les autres variables d'état sont dispersées et il est difficile de proposer des regroupements.

Au vu de cette disposition, nous pouvons donner les conclusions suivantes :

- les variables d'état X_{BA} , S_{NO} et S_{ND} se trouvent séparées des autres variables d'état du modèle. Ceci indique qu'elles n'interviennent que dans la réaction de nitrification et qu'elles n'ont par conséquent pas d'influence directe sur les autres variables d'état. En supposant l'absence de nitrification, la suppression de ces variables d'état dans le modèle papetier est tout à fait validée ;
- la proximité des variables d'état S_S et X_S valide le choix de sommer ces deux variables d'état en une unique variable ;
- la proximité des variables d'état X_S et X_{ND} peut être due à la similarité des réactions d'hydrolyse pour la matière organique biodégradable et l'azote organique. Ces deux variables d'état ont donc le même comportement quelque soit le point de fonctionnement considéré. De plus, l'absence d'azote organique au sein de l'effluent papetier permet de s'abstenir de la prise en compte de la variable d'état X_{ND} .
- les variables d'état X_{BH} dans le second cercle et S_O dans le cas des deux cercles sont isolées des autres variables d'état, aucune autre variable d'état ne peut donc représenter l'information apportée. Par ailleurs, ces variables représentent des composés présents au sein du procédé de traitement des effluents papetiers. Il est par conséquent indispensable de conserver ces variables au sein du modèle.
- la séparation des variables d'état S_{NH} et S_{NO} indique que l'azote ammoniacal n'est pas directement lié aux nitrates-nitrites par la réaction de nitrification mais qu'il intervient dans d'autres réactions telles que la croissance de la biomasse. Il est donc tout à fait pertinent de conserver la variable d'état S_{NH} malgré l'absence de nitrification ;
- enfin, bien que la variable d'état X_P soit également séparée des autres variables d'état, indiquant qu'elle devrait être spécifiquement prise en compte dans le modèle réduit papetier, nous avons choisi de ne pas la modéliser. Ce choix devra être surveillé afin de revenir dessus si nécessaire.

Nous pouvons donc en conclure que les hypothèses de réduction du modèle papetier, hormis X_P , correspondent à l'analyse statistique des propriétés du modèle de référence pour un ensemble étendu de points de fonctionnement. Notre modèle réduit semble donc apte à décrire un vaste domaine de validité et donc rendre compte d'un grand nombre de cas réels industriels.

4.3. Tentative d'identification sur une base de données papetières

4.3.1 Création d'une base de données papetière pour la simulation et l'identification paramétrique du modèle papetier

La base de données papetière a été établie dans le but de tester le modèle papetier sur le procédé auquel il est dédié.

Les informations qualitatives et quantitatives sur la composition moyenne de l'effluent en entrée du réacteur biologique et l'implication d'évènements de la chaîne de production du papier sur l'effluent (chapitre 1, paragraphe 1.2.3) ont été recueillies par un retour d'expérience des opérateurs de la station de traitement des Papeteries de Lancey. Nous avons alors proposé une séquence de données, nommée *papetier_entrée*, pour les variables d'entrée du modèle ASM1 en s'appuyant sur le modèle de mesures indirectes présentés dans le chapitre 4. Le point nominal (tableau 2.10) est défini à partir des valeurs moyennes de caractérisation de l'effluent en entrée de traitement secondaire. Nous remarquons que X_{S_0} est beaucoup plus élevé que dans le cas urbain ($271,8 \text{ mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$) étant donné la pollution à traiter de nature carbonée. La valeur de S_{NH_0} prend en compte à la fois l'azote ammoniacal présent dans l'effluent et l'azote ammoniacal ajouté en tant que nutriment. La concentration en biomasse a été supposée nulle dans l'effluent (chapitre 4, paragraphe 2) et S_{O_0} mesuré à $0,1 \text{ mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$.

X_{S_0} ($\text{mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$)	X_{BH_0} ($\text{mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$)	S_{NH_0} ($\text{mgN}\cdot\text{L}^{-1}$)	S_{O_0} ($\text{mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$)
783,4	0	54	0,1

Tableau 2.10 : Valeurs nominales des variables d'entrée de la base de données *papetier_entrée*

L'évolution des variables d'entrée est indiquée sur la figure 2.15. Cette base de données comporte deux évènements types casse-machine qui sont des évènements non prévisibles mais se produisant en moyenne deux fois par mois sur l'unité de production du papier. Nous avons choisi ici de les placer à une semaine d'intervalle afin de réduire la durée de simulation. Leur influence porte sur la concentration en matière organique biodégradable de l'effluent (variable d'entrée X_{S_0}). La durée et l'amplitude de ces évènements ont été choisies de manière à représenter une casse-machine dont l'influence sur l'effluent est forte sur une longue durée ainsi qu'une casse-machine dont l'influence sur l'effluent est plus faible à la fois en amplitude et en durée.

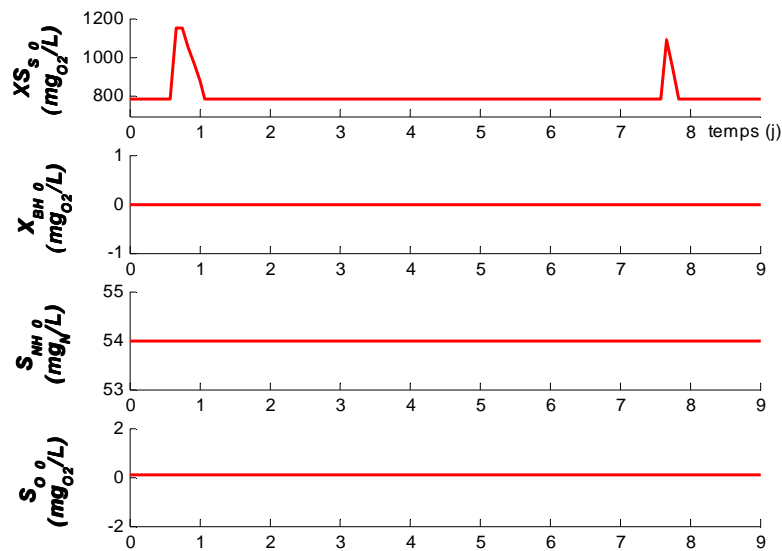


Figure 2.15 : Jeu de données *papetier_entrée*

Le modèle de référence urbain, représentant à la fois la dégradation de l'azote et des matières organiques biodégradables, englobe le traitement des effluents papetiers. Il est donc utilisé pour construire les jeux de données de la sortie du réacteur biologique et de la boucle de recyclage. Pour ce faire, les valeurs urbaines des paramètres du modèle ASM1 ont été conservées. Elles ne sont probablement pas adaptées au cas papetier mais étant dans l'impossibilité de les identifier pour ce cas (absence de mesures), nous supposons qu'elles sont satisfaisantes pour notre étude. Les jeux de données *papetier_réacteur* et *papetier_recyclage* obtenus sont donc utilisés en tant que référence. Comme dans le cas de la base de données urbaines, les variables d'état et de recyclage obtenues à partir du modèle de référence ont été adaptées aux variables d'état du modèle papetier (concaténation de X_S et S_S , maintien de X_{BH} , S_{NH} et S_O). L'évolution des variables de recyclage du jeu *papetier_recyclage* est représentée sur la figure 2.16. Nous constatons que l'ensemble des variables est touché par les fluctuations de l'effluent.

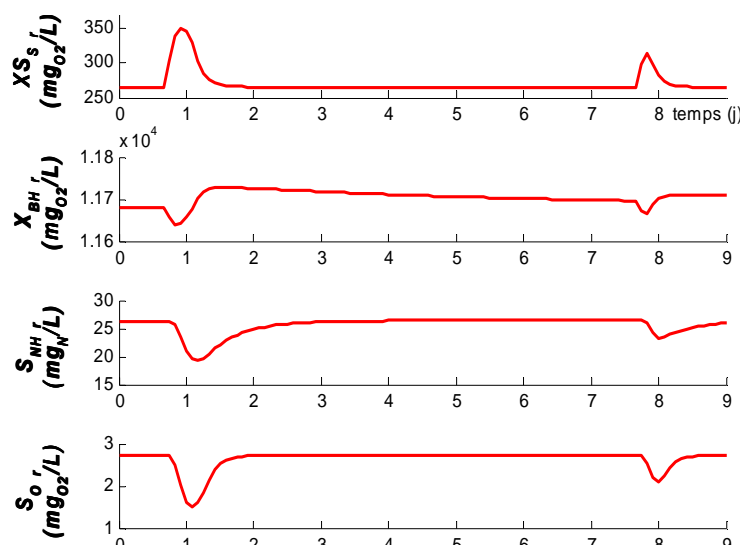


Figure 2.16 : Jeu de données *papetier_recyclage*

Les valeurs des paramètres obtenues après identification sur le jeu de données *papetier*_{réacteur} sont indiquées dans le tableau 2.11. Les paramètres ont peu varié des valeurs obtenues lors de l'identification sur la base de données urbaines (paragraphe 4.1.3), excepté le paramètre f_P plus élevé pouvant traduire une modification de la composition de la biomasse (répartition différente des produits issus de la mort de la biomasse).

Paramètres	Valeur identifiée	Valeur du modèle ASM1	Unité
Y_H	0,61	0,64	$g_{O_2_Xbh} \cdot g_{O_2_Ss}^{-1}$
f_P	0,35	0,08	$g_{O_2_Xbh} \cdot g_{O_2_Ss}^{-1}$
i_{XB}	0,046	0,08	$g_N \cdot g_{O_2}^{-1}$
μ_H	2,82	4	j^{-1}
b_H	0,27	0,3	j^{-1}
K_{XS}	563	10	$g_{O_2_XSs} \cdot g_{O_2_Xbh}^{-1}$
K_{OH}	0,2	0,2	$mg_{O_2} \cdot L^{-1}$
K_{NH}	1	1	$mg_{NH_3-N} \cdot L^{-1}$

Tableau 2.11 : Valeurs des paramètres du modèle papetier après identification sur la base de données *papetier*_{réacteur}.

Les courbes obtenues après identification paramétrique du modèle papetier sont présentées sur la figure 2.17. Nous constatons que les dynamiques et amplitudes des variables d'état du modèle papetier correspondent précisément à celles du modèle de référence, excepté l'amplitude de la variable d'état S_{NH} qui se trouve plus faible lors des événements. Ceci peut être dû à la non prise en compte de l'azote organique provenant des composés de biomasse morte.

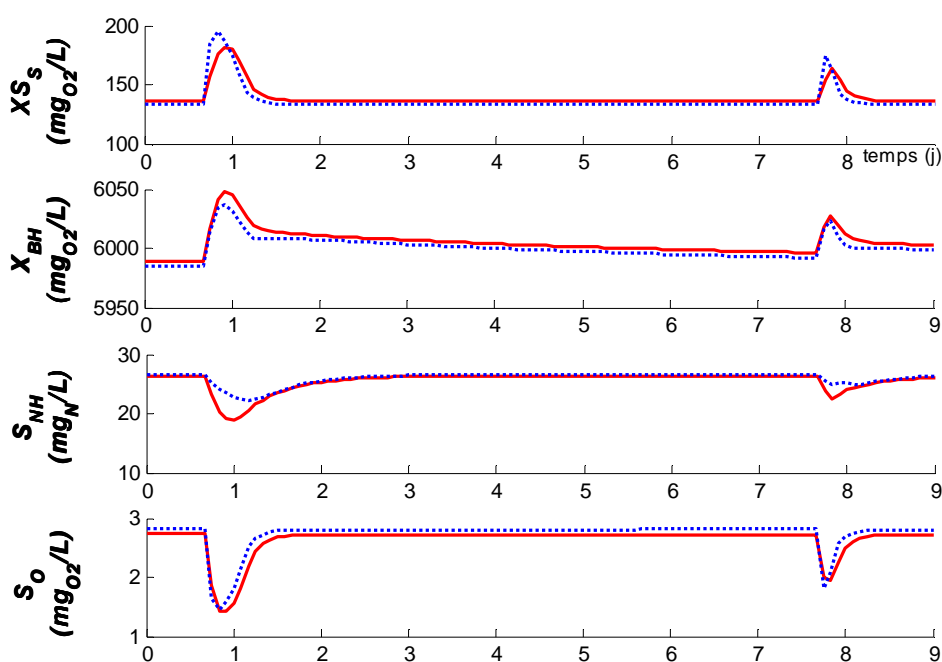
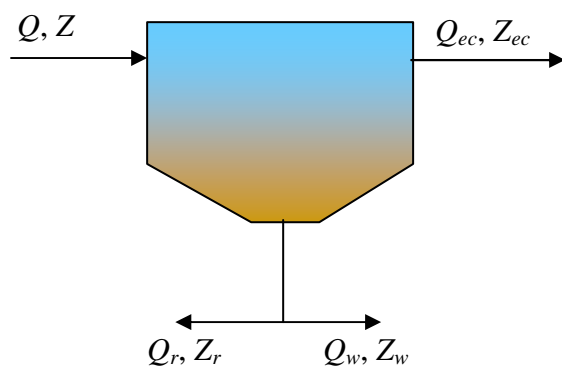


Figure 2.17 : Simulation du modèle de référence (trait plein) et du modèle papetier (pointillés) sur le jeu de données *papetier*_{entrée}.

Le modèle biologique papetier semble donc apte à représenter l'évolution dynamique des composés présents dans un procédé de traitement d'effluents papetiers.

4.3.2. Intégration du clarificateur dans le modèle papetier

Afin d'obtenir un modèle complet et autonome ne nécessitant pas la construction préalable d'une base de données à partir du modèle de référence urbain pouvant donc être source d'erreur, un modèle du clarificateur est associé au modèle papetier. Nous avons pour cela choisi de prendre le modèle le plus simple qui soit : le modèle du clarificateur parfait représentant une simple séparation. Ce modèle est un modèle statique, la séparation entre les phases solide et liquide étant supposée instantanée. La figure 2.18 représente les entrées et sorties du clarificateur.



où $Q = Q_0 + Q_r$

$$Q_{ec} = Q_0 - Q_w$$

$$Z_R = Z_w$$

$$Z_{ii} = [X_{.ii} S_{ii}]$$

X_{ii} représentant les composés particuliers

$$X = [0,98 \times X_{S_S} \ X_{B_H}]$$

S_{ii} représentant les composés solubles

$$S = [0,02 \times X_{S_S} \ S_{N_H} \ S_O]$$

Q_0 , Q , Q_R , Q_w et Q_{ec} sont respectivement les débits d'entrée de l'effluent, de sortie réacteur,

Figure 2.18 : Schéma entrées et sorties du clarificateur.

Les hypothèses de fonctionnement sont les suivantes :

- la concentration en matière soluble est identique au niveau des trois entrée – sorties : clarificateur, sortie eau claire et boucle de recyclage ;
- la matière particulaire se répartie entre la sortie eau claire et la boucle de recyclage. Le facteur F_{SS} représente le rapport des concentrations en eau claire sur celles du recyclage. Si ce facteur est nul, le clarificateur est considéré comme étant un décanteur parfait.

Ces hypothèses se traduisent par les équations :

$$\begin{cases} S_{ec} = S \\ X_{ec} = F_{SS} \cdot X_r \end{cases} \quad \text{Eq. 2.20}$$

En réalisant un bilan de matière sur le clarificateur, nous obtenons :

$$\begin{cases} Q \cdot S = Q_{ec} \cdot S_{ec} + Q_r \cdot S_r + Q_w \cdot S_r \\ Q \cdot X = Q_{ec} \cdot X_{ec} + Q_r \cdot X_r + Q_w \cdot X_r \end{cases} \Leftrightarrow \begin{cases} (Q_0 + Q_r) \cdot S = (Q_0 - Q_w) \cdot S_{ec} + Q_r \cdot S_r + Q_w \cdot S_r \\ (Q_0 + Q_r) \cdot X = (Q_0 - Q_w) \cdot X_{ec} + Q_r \cdot X_r + Q_w \cdot X_r \end{cases}$$

$$\Leftrightarrow \begin{cases} (Q_r + Q_w) \cdot S = (Q_r + Q_w) \cdot S_r \\ (Q_0 + Q_r) \cdot X = (F_{SS} \cdot Q_0 + (1 - F_{SS}) \cdot Q_w + Q_r) \cdot X_r \end{cases}$$

$$\Leftrightarrow \begin{cases} S_r = S \\ X_r = \frac{(Q_0 + Q_r)}{(F_{SS} \cdot Q_0 + (1 - F_{SS}) \cdot Q_w + Q_r)} \cdot X \end{cases} \quad \text{Eq. 2.21}$$

Nous poserons pour la suite :

$$rapp = \frac{(Q_0 + Q_r)}{(F_{SS} \cdot Q_0 + (1 - F_{SS}) \cdot Q_w + Q_r)} \quad \text{d'où} \quad X_r = rapp \cdot X \quad \text{Eq. 2.22}$$

Le modèle de la boucle complète de traitement s'écrit donc :

$$\begin{cases} \frac{dXS_S}{dt} = [XS_{S_0} \cdot Q_0 + XS_S \cdot rapp \cdot Q_r - XS_S \cdot (Q_0 + Q_r)] / V + r_{XS_S} \\ \frac{dX_{BH}}{dt} = [X_{BH_0} \cdot Q_0 + X_{BH} \cdot rapp \cdot Q_r - X_{BH} \cdot (Q_0 + Q_r)] / V + r_{X_{BH}} \\ \frac{dS_{NH}}{dt} = [S_{NH_0} \cdot Q_0 - S_{NH} \cdot Q_0] / V + r_{S_{NH}} \\ \frac{dS_O}{dt} = [S_{O_0} \cdot Q_0 - S_O \cdot Q_0] / V + r_{S_O} + k_1 a \cdot (S_O^* - S_O) \end{cases} \quad \text{Eq. 2.23}$$

F_{SS} a été pris égal à 0,002, ce qui nous place dans le cas d'un clarificateur quasi-parfait.

Les valeurs des paramètres du modèle papetier sont identiques à celles identifiées précédemment (paragraphe 4.3.1). La figure 2.19 présente les courbes d'évolution des variables d'état du modèle papetier associé au clarificateur statique ainsi que celles du modèle de référence. Nous constatons que les dynamiques des variables d'état XS_S , S_{NH} et S_O sont très bien représentées. En revanche, un écart statique est présent sur la variable d'état X_{BH} et sa dynamique ne correspond pas à la dynamique du jeu de données *papetier*_{réacteur}. En effet, la variable d'état X_{BH} a une dynamique du second ordre avec un premier ordre dominant tandis que l'analyse du jeu de données *papetier*_{réacteur} montre la présence d'un dépassement supplémentaire qui pourrait être expliqué par un zéro dans la fonction de transfert de cette variable. Ce manque de précision du modèle papetier incluant le

clarificateur statique ne peut être expliqué par un problème d'identification mais plutôt par un problème structurel.

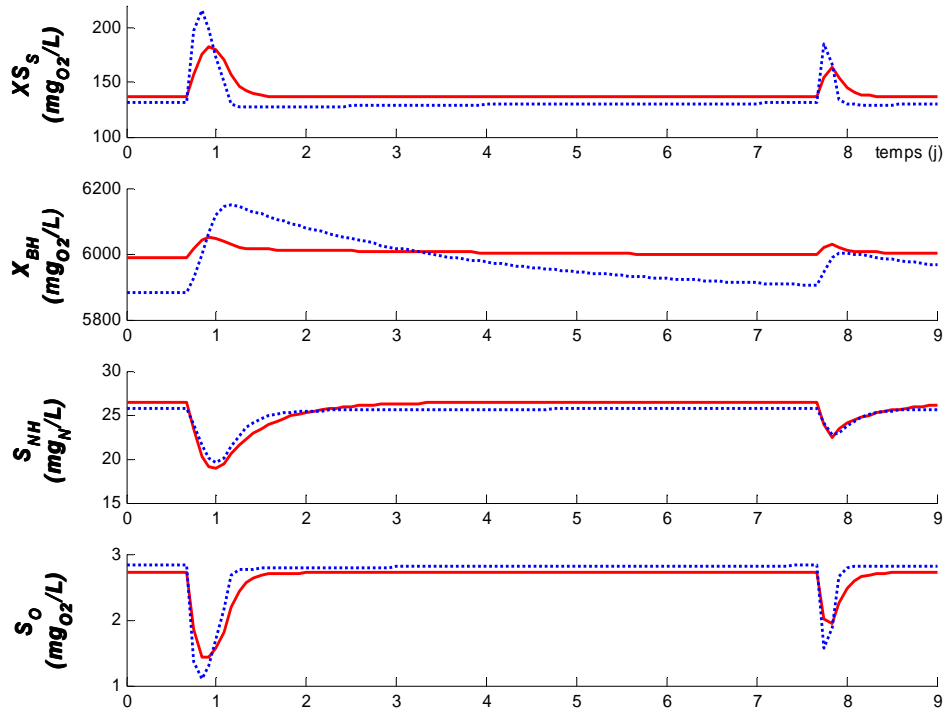


Figure 2.19 : Simulation du modèle de référence (trait plein) et du modèle papetier associé au clarificateur statique (pointillés) sur le jeu de données papetier entrée

Plusieurs simulations ont été réalisées afin de localiser ce problème structurel. En explorant tous les couplages possibles des modèles du réacteur biologique (modèle ASM1 et modèle papetier) et du clarificateur (modèle statique et modèle de Takács [Takács *et al.*, 1991]). Le tableau 2.12 récapitule les résultats obtenus. L'utilisation du clarificateur statique, quelque soit le modèle biologique employé, engendre une dynamique incomplète de X_{BH} et un écart statique. L'utilisation du modèle papetier, quelque soit le modèle du clarificateur employé, crée également une dynamique incomplète de X_{BH} , bien que l'utilisation du modèle de Takács (cas 3) conduise à une identification plus satisfaisante (écart statique minimisé et dynamique plus proche de la référence) qu'avec le clarificateur statique (cas 4).

Clarificateur Réacteur	Modèle de Takács	Modèle statique
Modèle ASM1	Cas 1 - Référence de l'étude	Cas 2 - Dynamique X_{BH} 1 ^{er} ordre dominant
Modèle papetier	Cas 3 - Dynamique X_{BH} 1 ^{er} ordre dominant	Cas 4 - Dynamique X_{BH} 1 ^{er} ordre dominant

Tableau 2.12 : Localisation du problème de dynamique sur X_{BH}

Au vu de ces résultats, nous constatons que le problème semble avoir deux causes distinctes :

- le modèle statique du clarificateur : celui-ci traite chacun des composés particuliers de manière séparée, ils conservent donc leur dynamique propre. Dans le modèle de Takács, les composés particuliers sont associés en une seule variable au sein du clarificateur, ce qui leur confère une dynamique globale. Or, la comparaison des simulations des cas 1 et 2 met en évidence le rôle prépondérant de la variable X_p sur la dynamique des composés particuliers au sein du clarificateur, ce qui rend le modèle de Takács plus pertinent ;
- la structure du modèle papetier : les résultats de simulation du cas 1 montrent que la dynamique de X_{BH} dépend fortement de la prise en compte de X_p . Au sein du réacteur biologique, cela a pour conséquence une influence croisée forte entre X_p et X_{BH} . Par conséquent, il semble indispensable de prendre en compte dans le modèle papetier la variable d'état X_p si l'on souhaite modéliser la boucle de traitement complète. Cette remarque rejoint le résultat de l'étude ACP pour lequel la variable X_p était isolée des autres variables d'état.

Afin de proposer un modèle de la boucle de traitement complète (réacteur biologique + clarificateur), il est donc nécessaire d'approfondir ces deux pistes de recherche.

5. Conclusion

Après avoir présenté la démarche générale à suivre pour l'écriture d'un modèle biologique et établi le lien entre ses paramètres et leur signification physique, le modèle biologique ASM1 a été décrit. Nous avons alors exposé les différentes techniques de réduction de ce modèle généralement employées afin de simplifier sa structure et de le rendre exploitable sur procédé réel. Ces techniques sont principalement basées sur des considérations phénoménologiques afin de conserver l'information physique apportée par les équations initiales. Elles peuvent également faire appel à des techniques de linéarisation appropriées afin de rendre la structure du modèle favorable à l'utilisation d'outils pour les systèmes linéaires (en commande notamment).

Dans le cadre de notre étude, le modèle doit être défini pour une application en supervision. Il est donc nécessaire de réaliser un compromis entre simplicité de la structure (peu de paramètres) et précision des résultats. Notre premier objectif a été de proposer un modèle pouvant être appliqué à la fois sur un effluent urbain et sur un effluent papetier. Pour cela, nous avons choisi de sélectionner les phénomènes prépondérants lors du traitement des pollutions carbonées et azotées. L'intérêt de la loi de Monod vis-à-vis de la base de données employée a en outre été vérifié. Bien que la modélisation de la

partie azotée (S_{NO} en particulier) soit à approfondir, les résultats d'identification et de validation de ce modèle réduit urbain sur une base de données urbaines sont satisfaisants.

Nous avons ensuite cherché à déterminer le degré d'applicabilité de ce modèle réduit urbain au cas papetier. Plusieurs paramètres se sont avérés faiblement identifiables. De plus, il semblait très difficile d'obtenir une base de données assez importante pour permettre l'identification des nombreux paramètres du modèle réduit urbain. Ce modèle n'a donc pu être appliqué à un effluent papetier.

Nous avons alors adapté le modèle réduit urbain afin de prendre en compte les spécificités du traitement des effluents papetiers : l'azote ammoniacal est considéré comme un nutriment et non pas comme une matière polluante, la biomasse autotrophe n'intervient pas dans le traitement du fait de l'absence du cycle de traitement de l'azote,... Ceci a conduit à la proposition d'un modèle dédié aux effluents papetiers de structure très simple (quatre variables d'état et deux cinétiques biologiques).

La pertinence de l'information qualitative apportée par le modèle papetier a été vérifiée grâce à une étude de la cohérence du modèle en fonctionnement perturbé. Afin de compléter ces résultats, une analyse statistique des propriétés du domaine de validité du modèle a été réalisée grâce à une étude ACP pour un ensemble étendu de point de fonctionnement. Ceci a permis de montrer que le modèle papetier est apte à représenter des conditions opératoires variées.

Une base de données papetières a ensuite été proposée à partir des informations données par les Papeteries de Lancy. L'identification du modèle papetier sur cette base de données a abouti à des résultats très satisfaisants. Enfin, dans le but d'obtenir un modèle autonome du procédé de traitement, le clarificateur a été modélisé et associé au modèle du réacteur. La simulation de ce modèle complet a cependant soulevé un problème structurel lié à la fois à la modélisation du clarificateur mais aussi à l'absence de la variable X_p dans le modèle papetier.

Ces pistes de recherche devront être explorées afin de proposer un modèle global de la boucle de traitement en regard des expérimentations qui vont être décrites par la suite.

Chapitre 3

Pilote semi-industriel : conception et caractérisation

Le pilote semi-industriel a été conçu afin d'obtenir un outil autonome permettant de recréer les conditions opératoires des stations réelles. Son développement et sa mise en œuvre sont présentés dans ce chapitre. Il sera ensuite utilisé pour obtenir la base de données nécessaire à la validation du modèle réduit papetier (chapitre 4).

La première partie de ce chapitre est consacrée à la présentation de la conception du pilote. Après avoir défini le cahier des charges, nous décrivons les choix de conception associés à chacun des éléments du pilote : réacteur, clarificateur, système de recyclage principalement. L'environnement indispensable au fonctionnement du pilote (capteurs, superviseur, ...) est également présenté. Nous détaillons aussi le fonctionnement du superviseur du pilote et sa programmation.

La seconde partie présente les études expérimentales sur le fonctionnement du pilote afin de déterminer certaines de ses caractéristiques (hydrodynamiques, aération). Ces expériences ont été menées avec de l'eau claire, l'introduction d'effluents réels faisant l'objet des deux derniers paragraphes. Le fonctionnement du pilote avec effluent réel a permis de finaliser la mise au point du pilote et des conditions opératoires.

1. Conception et réalisation du pilote

1.1. Définition des objectifs

La conception du pilote a été orientée pour répondre aux critères cités ci-dessous.

1. Le pilote doit représenter la chaîne complète de traitement secondaire (après le traitement primaire). Aussi, il doit comporter un réacteur biologique, un clarificateur et un système de circulation des fluides et des boues.
2. Le critère de modularité du réacteur a été le point d'orgue de la conception, le but étant de pouvoir adapter sa configuration afin d'être représentatif de différents types de stations de traitement (urbaine, industrielle, de type RPAC, canal ou carrousel, ...). Cette modularité doit également favoriser l'étude de problématiques scientifiques variées (influence de la répartition des zones anoxiques et aérobies sur le fonctionnement, influence de la configuration hydrodynamique sur le rendement de dépollution, ...).
3. La taille du réacteur et du clarificateur doivent être suffisamment importantes (semi-industrielle) afin de favoriser la transposition des résultats obtenus sur pilote à échelle industrielle, de rendre significatif l'influence de l'hydrodynamique sur l'efficacité du traitement comme c'est le cas à échelle industrielle et, enfin, de limiter l'influence de micro-perturbations (variation de faibles durée et amplitude sur le pH, le débit... de l'effluent) sur le comportement du procédé.
4. L'alimentation du réacteur doit permettre un fonctionnement autonome sur plusieurs jours.
5. L'utilisation du pilote doit être fiable et ergonomique, il sera donc instrumenté et équipé du matériel nécessaire à son pilotage temps réel et à la sécurité des personnes et du matériel.

1.2. Stations industrielle et urbaine support de l'étude

Une station industrielle et une station urbaine ont été choisies comme support de la conception du pilote. Ayant des caractéristiques dimensionnelles et de fonctionnement standard, ces stations constituent une référence pour le dimensionnement du pilote, permettant ainsi de proposer un outil apte à recréer la configuration et les caractéristiques de fonctionnement des stations réelles.

1.2.1. Station industrielle support

Comme introduit au chapitre 1, il s'agit de la station de traitement des Papeteries de Lancey. Elle a été choisie du fait de la stabilité relative des caractéristiques et des flux du papier produit et par conséquent des caractéristiques de l'effluent en fonctionnement normal (nature et concentration des composés présents). Cette station comporte une première phase de traitement primaire puis une phase

de traitement secondaire par boues activées (schéma de la station fourni en annexe B.2). Les caractéristiques de l'effluent en entrée de traitement secondaire et les caractéristiques générales de la station sont rappelées dans le tableau 3.1. La définition de ces caractéristiques est fournie dans le chapitre 1, paragraphes 1.1 et 2.3.1 en ce qui concerne l'effluent et le réacteur et dans le paragraphe 1.3.4 du chapitre 3 en ce qui concerne le clarificateur.

Caractéristiques effluent entrée traitement secondaire	Débit journalier moyen	5300 m ³ .j ⁻¹
	DCO _T moyenne	1150 mg _{O₂} .L ⁻¹
	DBO ₅	550 mg _{O₂} .L ⁻¹
	MES	150 mg.L ⁻¹
	MVS	85 mg.L ⁻¹
	Température	23 – 35 °C
Caractéristiques réacteur	Volume	4000 m ³
	MES	9,2 g.L ⁻¹
	MVS	5 g.L ⁻¹
	[O ₂]	3 mg _{O₂} .L ⁻¹
	C _m	0,15 kg _{O₂} .kg _{MVS} ⁻¹ .j ⁻¹
	C _V	0,73 kg _{O₂} .m ⁻³ .j ⁻¹
	Temps de passage fictif dans le réacteur θ_l	18,1 h
	Temps de passage dans le réacteur t_S	8,2 h
	Age des boues θ_C	13 j
Configuration	carrousel	
Caractéristiques clarificateur secondaire	Volume	2124 m ³
	Surface	708 m ²
	Hauteur	3 m
	Vitesse ascensionnelle v_0	0,31 m.h ⁻¹
	Taux de recyclage r	1,2

Tableau 3.1 : Caractéristiques moyennes de la station industrielle support sur une durée de trois mois (mai 2006 à juillet 2006) (Source : Papeteries de Lancey)

De par la nature de mise en œuvre du procédé papetier (phase de lavage, changement de production avec phase d'arrêt, incident, ...), la proportion des différents composants de l'effluent peut varier sensiblement. La DCO, par exemple, fluctue pouvant atteindre des pics à 1700 mg.L⁻¹, ce qui représente une augmentation de charge à l'entrée de la station de plus de 47% de la valeur moyenne. D'autre part, les valeurs de charge massique (0,15 kg_{O₂}.kg_{MVS}⁻¹.j⁻¹) et volumique (0,73 kg_{O₂}.m⁻³.j⁻¹) présentées dans le tableau 3.1 indiquent que la station industrielle travaille dans des conditions de moyenne charge. Nous rappellerons qu'étant donné ses caractéristiques dimensionnelles et les caractéristiques de son effluent, cette station se situe dans la moyenne des stations industrielles

papetières comme il a été expliqué au chapitre 1. Nous rappellerons également que l'effluent à traiter, de par sa provenance, est un effluent carencé en matière azotée et en phosphates.

1.2.2. Station urbaine support

La station urbaine, ayant servi de simulateur pour nos travaux de développement théoriques (chapitre 2), est choisie ici comme station support pour la conception du pilote. Cette station représente une station type obtenue grâce à une synthèse des caractéristiques de différentes stations urbaines [Copp, 2002]. Par ailleurs, seule la phase secondaire du traitement est décrite. Le réacteur biologique est composé de deux compartiments anoxiques suivis de trois compartiments aérobies. Les caractéristiques dimensionnelles sont rappelées dans le tableau 3.2.

Caractéristiques effluent entrée traitement secondaire	Nombre d'Equivalent Habitant	100 000
	Débit journalier moyen	20 000 m ³ .j ⁻¹
	DBO ₅ moyenne	300 mg _{O2} .L ⁻¹
Caractéristiques réacteur	Volume d'un compartiment anoxique (deux compartiments)	1000 m ³
	Volume d'un compartiment aérobie (trois compartiments)	1333 m ³
	Volume total du réacteur	6000 m ³
	MES	3,27 g.L ⁻¹
	MVS	2,95 g.L ⁻¹
	[O ₂] _{aérobie} (valeur moyenne des compartiments aérobies)	1,5 mg _{O2} .L ⁻¹
	C _m	0,34 kg _{O2} .kg _{MVS} ⁻¹ .j ⁻¹
	C _V	1 kg _{O2} .m ⁻³ .j ⁻¹
	Temps de passage fictif dans le réacteur θ_l	7,2 h
	Temps de passage dans le réacteur t_s	3,6 h
Age des boues θ_C	10 j	
Caractéristiques clarificateur secondaire	Volume	6000 m ³
	Surface	1500 m ²
	Vitesse ascensionnelle	0,56 m.h ⁻¹
	Taux de recyclage r	1

Tableau 3.2 : Caractéristiques moyennes de la station urbaine support (Source [Copp, 2002]).

1.2.3. Conclusion

La comparaison des caractéristiques de fonctionnement de ces deux stations met en évidence un écart notable entre les valeurs de la station industrielle et les valeurs de la station urbaine (débit et composition de l'effluent, concentration de la biomasse au sein du réacteur, temps de passage fictif,...). Les plages de valeurs couvertes par ces caractéristiques apparaissent comme étendues. Il est donc nécessaire d'intégrer cette réalité dans la conception du pilote afin d'obtenir un outil adaptable permettant d'étudier le traitement des différents types d'effluents ainsi que des configurations de traitement diversifiées.

1.3. Conception, réalisation et mise en œuvre du pilote

Le dimensionnement et la construction du pilote (figure 3.1) ont fait appel aux connaissances techniques et scientifiques des équipes du LAG et du LGP2. Le schéma complet du procédé est présenté sur la figure 3.2. L'effluent est stocké en tête de procédé dans un réservoir agité et réfrigéré. Il est alors acheminé par une pompe vers le bassin tampon où ont lieu un apport en nutriment, un ajustement du pH et une mise à température d'entrée de station. De ce bassin, l'effluent s'écoule dans le réacteur biologique par surverse. Nous retrouvons ensuite les éléments principaux de la chaîne de traitement biologique : réacteur – clarificateur – boucle de recyclage. Chaque élément va être décrit et analysé dans les paragraphes suivants. Les étapes de calcul du dimensionnement ainsi que les caractéristiques techniques de chacun des éléments du pilote sont fournies en annexe F.



Figure 3.1 : Vue d'ensemble du pilote

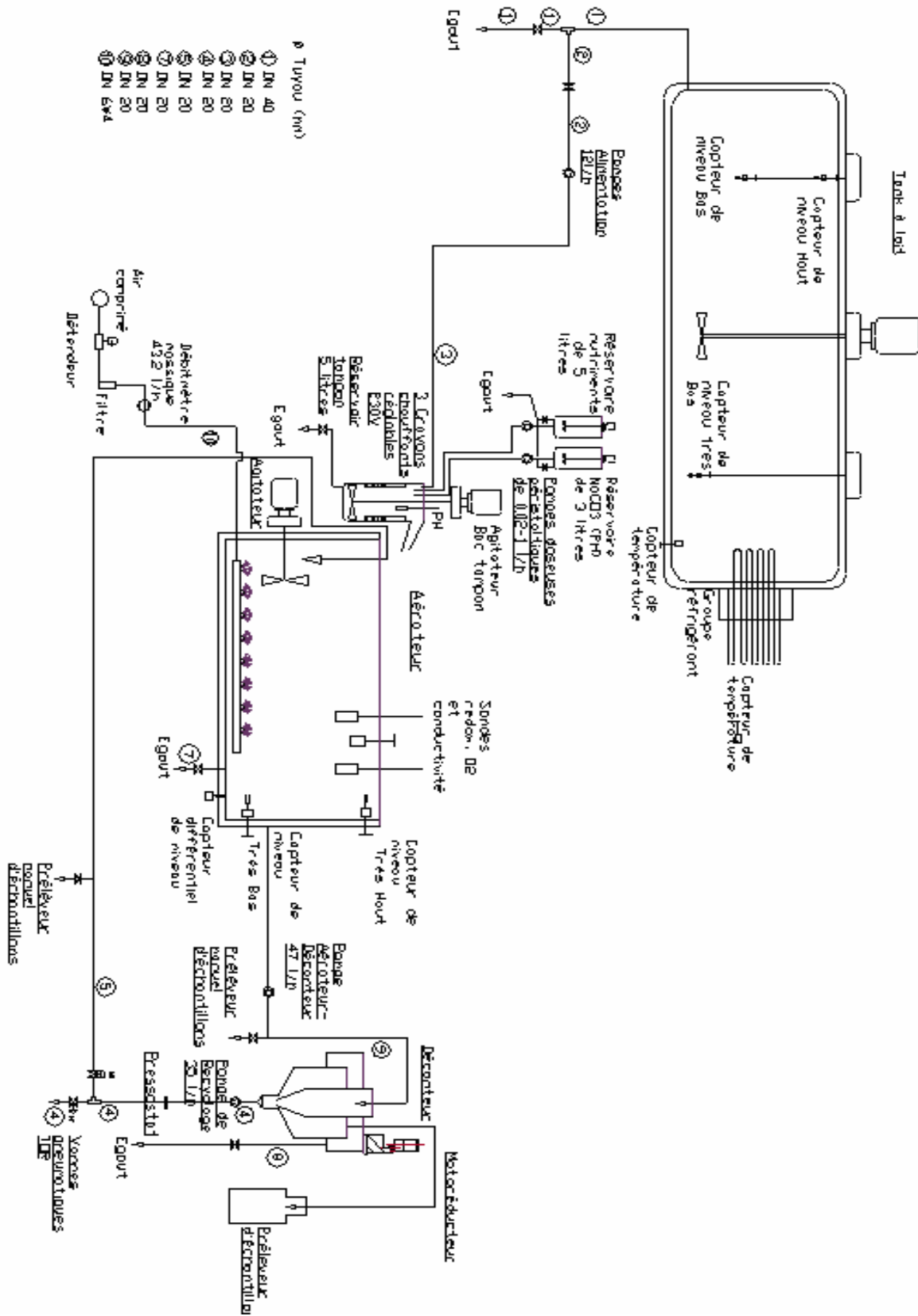


Figure 3.2 : Schéma de principe du pilote

1.3.1. Le stockage de l'effluent

Le réservoir de stockage joue le rôle de bac d'alimentation. Il doit être capable d'accueillir une quantité importante d'effluent tout en assurant des conditions favorables de stockage.

Pour cela, nous avons choisi un « tank à lait » (figure 3.3) :

- capacité de 2000 L, ce qui permet d'avoir une autonomie de trois jours en moyenne (pour un débit nominal de $12,7 \text{ L.h}^{-1}$) ;
- agitation pour éviter une décantation des matières en suspension de l'effluent ;
- groupe froid capable de maintenir l'effluent à une température de $6 \text{ }^\circ\text{C}$, ceci permet de créer des conditions dans lesquelles l'activité bactérienne se trouve très ralentie, ce qui diminue les risques de fermentation due aux sucres contenus dans l'effluent. Ce phénomène entraînerait alors une diminution du pH et une modification de l'effluent en terme de charge (nature, DCO, DBO, ...), ce qui est à éviter si l'on souhaite conserver les mêmes caractéristiques de l'effluent que lors de son prélèvement et ainsi être au plus proche du fonctionnement réel d'une station mais aussi ne pas perturber l'utilisation du pilote.

Durant les tests, nous alimenterons le pilote avec l'effluent de la station industrielle support, prélevé sur site après la phase de traitement primaire.



Figure 3.3 : Bassin de stockage de l'effluent.

1.3.2 Le bassin tampon

Placé en amont du réacteur, le bassin tampon a un rôle multiple :

- ajustement du pH de l'effluent pour qu'il corresponde au pH de fonctionnement de la biomasse ;
- ajout de nutriments en cas de carence de l'effluent ;
- ajout de coagulant et floculant pour améliorer la décantation des floccs (si besoin) ;
- remise de l'effluent à la température d'entrée de station de traitement.

Dimensionnement

Les coagulants et floculants nécessitent un temps de contact minimum avec l'effluent variant entre 2 et 5 mn suivant les réactifs utilisés et la nature de l'effluent. Nous avons donc considéré un temps de contact de l'ordre de 5 mn, ce qui conduit à un volume de 5,2 L pour un débit maximal d'effluent de 62,5 L.h⁻¹. Cette valeur a ensuite été portée à 6 L pour compenser les volumes occupés par les sondes et autres actionneurs (agitateur, réchauffeurs) (figure 3.4a). La géométrie choisie pour le bassin est le cylindre, forme qui permet de favoriser le mélange. Le diamètre est de 16 cm et la hauteur utile de 30 cm. Des chicanes ont été installées pour éviter la formation de vortex et un mouvement d'ensemble du fluide lors de l'agitation.

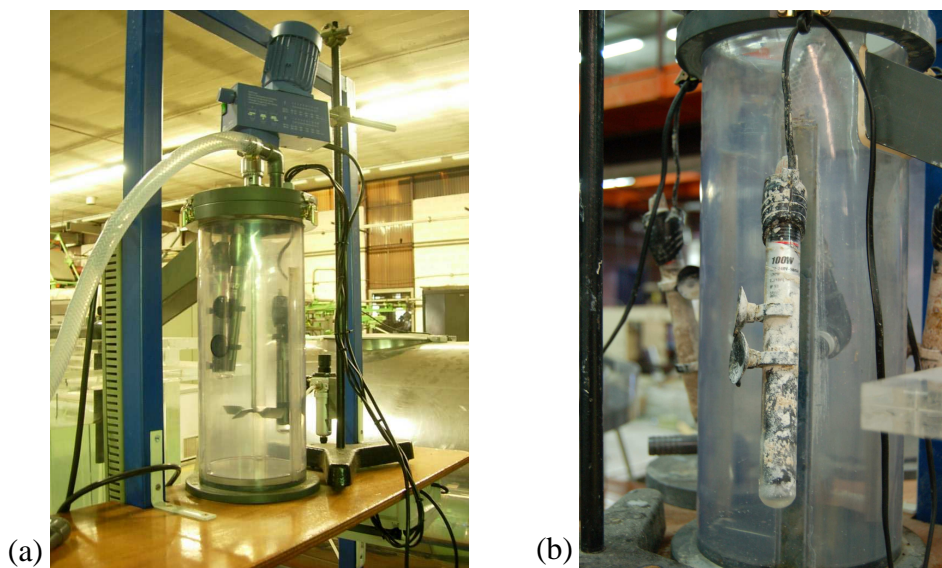


Figure 3.4 : (a) Bassin tampon (b) Réchauffeurs.

Nutriments

Les effluents de type papetiers étant carencés en azote et phosphore, un ajout de nutriments est nécessaire afin de favoriser le métabolisme de la biomasse. Les nutriments utilisés sur sites industriels ont été choisis : l'urée et l'acide phosphorique apportent respectivement l'azote et le phosphore nécessaires au métabolisme de la biomasse, le ratio utilisé étant le ratio classiquement admis : C/N/P = 100/5/1. Par ailleurs, le pH de l'effluent est ajusté avec une solution de bicarbonate de sodium.

Les solutions d'urée, d'acide phosphorique et de bicarbonate de sodium sont contenues dans des bassins individuels agités de 4 L. La solution d'urée a une concentration de 133 g.L^{-1} et la solution d'acide phosphorique a une concentration de 20 g.L^{-1} , ce qui permet de satisfaire le ratio C/N/P par ajustement des débits des pompes doseuses d'alimentation. L'ajout des différentes solutions s'effectue à l'aide de pompes péristaltiques afin d'obtenir un débit goutte à goutte (faible quantité à apporter). Dans une première phase d'utilisation, l'ajout des nutriments et l'ajustement du pH ont été effectués manuellement directement dans le réservoir de stockage de l'effluent après chaque rechargement. Le calcul permettant d'obtenir la quantité de nutriments à ajouter en fonction de la charge de l'effluent est indiqué en annexe F.1.

Système de chauffage

L'effluent est stocké à une température de $6 \text{ }^\circ\text{C}$. Les réchauffeurs (figure 3.4b) sont chargés d'amener celui-ci à une gamme de température comprise entre $20 \text{ }^\circ\text{C}$ et $30 \text{ }^\circ\text{C}$ correspondant à la température des effluents industriels et urbains. Cette action de mise à température de l'effluent permet de se replacer dans les conditions réelles d'une station de traitement qui correspondent aux conditions favorables au métabolisme des bactéries.

Le système des thermoplongeurs adapté à des volumes et débits semblables à ceux de la gamme de fonctionnement du pilote a été utilisé. Ce système était le plus adéquat à notre procédé étant donné son faible coût et sa simplicité de mise en œuvre (faible consommation électrique, aucun appareil de sécurité nécessaire en amont). Son dimensionnement a été réalisé en régime permanent et en négligeant les pertes thermiques au niveau du bassin tampon. La puissance utile nécessaire pour travailler dans les conditions nominales de fonctionnement du pilote, à savoir un débit d'entrée de $12,7 \text{ L.h}^{-1}$ et une température de 20°C , est de l'ordre de 210 W . Nous avons donc choisi trois thermoplongeurs de 100 W chacun (calcul fourni en annexe F.1). Ce système est ajustable manuellement, il n'existe pas de boucle de commande afin de réguler la température du réacteur biologique.

1.3.3 Le réacteur biologique

Plusieurs caractéristiques découlent des objectifs recherchés pour le fonctionnement du pilote : le réacteur doit être de volume suffisamment grand pour reproduire les conditions hydrodynamiques d'une station industrielle et ne pas être influencé par des micro-perturbations, modulable afin de reconstituer la configuration des stations réelles et facilement accessible pour l'installation de différents capteurs.

Dimensionnement

Une cuve d'une capacité de 250 L utiles a été choisie (figure 3.5a). Ce volume est suffisant pour recréer les conditions hydrodynamiques d'un bassin industriel. La cuve est de forme rectangulaire, de dimensions intérieures $1000 \times 500 \times 600 \text{ mm}$ (LxlxH). Sur la base d'un volume mis en œuvre de 230 L

et du temps de passage nominal de la station industrielle support (8,2 h), on obtient un débit nominal d'entrée pour le pilote de $12,7 \text{ L.h}^{-1}$.

Elle est fabriquée en plexiglas, matériau transparent et peu fragile, ce qui permet une observation visuelle du milieu de réaction tout en conservant aux parois une rigidité parfaite contrairement au PVC qui donnerait une souplesse trop importante à la cuve (risque de fluage).

Une première bordure (bordure 1, figure 3.5b) encadre le périmètre extérieur du réacteur dans le but d'y fixer des barres en inox, barres qui permettent l'installation des capteurs ou la mise en place de chicanes. Une seconde bordure (bordure 2, figure 3.5b) est disponible pour fixer une jupe au-dessus du réacteur et ainsi extraire les gaz en vue de leur analyse.

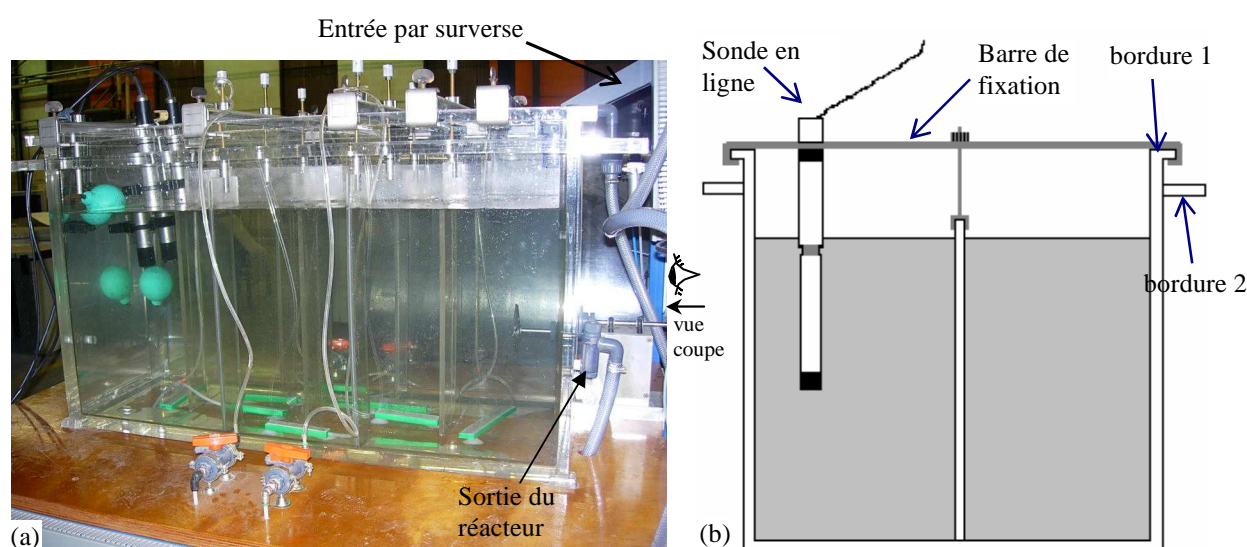


Figure 3.5 : Réacteur biologique : (a) vue d'ensemble, (b) coupe transversale

Configuration de l'hydrodynamique et des entrée / sortie

L'installation de chicanes dans différentes configurations entraîne la modification de l'écoulement du fluide (figure 3.6). Il est alors possible de se rapprocher d'un écoulement de type piston ou d'un réacteur parfaitement agité en passant par une cascade de RPAC (Réacteur Parfaitement Agité Continu). La mise en mouvement du fluide est réalisée à l'aide d'une hélice placée horizontalement au sein du fluide au niveau de l'entrée de l'effluent.

Les entrée (flèches rouges) et sortie (flèches vertes) ont été positionnées aux endroits proposés sur la figure 3.6. Une entrée et deux sorties ont été réalisées afin de conserver le maximum de choix de configuration. La configuration actuelle du pilote correspond aux deux flèches pleines : l'entrée se fait par surverse du bassin tampon et la sortie par pompage au tiers de la hauteur du niveau de liqueur mixte (figure 3.5a). Le passage de la liqueur mixte du réacteur vers le clarificateur au moyen d'une pompe a été préféré à un système de surverse afin de pouvoir travailler avec différents volumes de liqueur mixte, soit différent niveau de liquide dans le réacteur. La variation de la fréquence de la

pompe permet de maintenir à niveau constant le réacteur quelque soit le débit d'entrée de l'effluent et le débit de la boucle de recyclage, la mesure de niveau dans le réacteur étant réalisée par un capteur de pression différentielle.

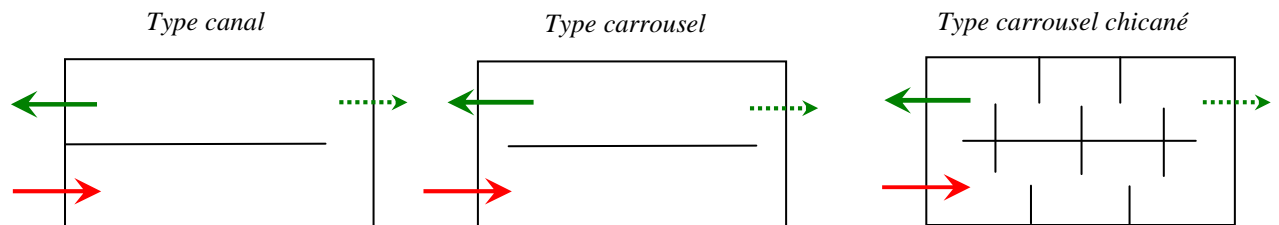


Figure 3.6 : Différentes configurations de circulation du fluide dans le réacteur

Système d'aération

L'aération est primordiale pour le métabolisme des micro-organismes dans les procédés aérobies à boues activées. Sans apport d'oxygène, il n'y a pas de développement bactérien et la dégradation de la pollution est inhibée. Lors de la définition des objectifs de fonctionnement du pilote, nous avons vu que la configuration du réacteur devait pouvoir s'adapter aux différentes configurations des stations urbaines et industrielles. Cet objectif s'impose donc également au système d'aération. Outre le fait d'apporter de l'oxygène, celui-ci doit aussi entraîner la mise en suspension de la biomasse de manière homogène.

Le système d'aération par rampe de bullage (fine bulle), facilement déplaçables, permet de modifier aisément la quantité d'air insufflée et donc de la contrôler. Cette solution a été choisie car elle permet de modifier le schéma d'aération du réacteur, il est alors aisé d'adapter la configuration pour tester celle des stations réelles. De plus, seul ce système était envisageable étant donné les faibles dimensions de notre réacteur vis-à-vis d'aérateurs de surface mis en place dans certaines stations industrielles ou urbaines. Toutefois, l'un des inconvénients de ce système est le risque de colmatage des diffuseurs.

Le système d'aération est composé d'une vanne proportionnelle commandable incluant un débitmètre massique, des vannes manuelles et des rampes de bullage (figure 3.7). Les rampes de bullage (figure 3.8), uniquement lestées, peuvent être facilement déplacées suivant les zones aérobies à créer. Les vannes manuelles permettent d'affiner le réglage de chaque rampe de bullage.

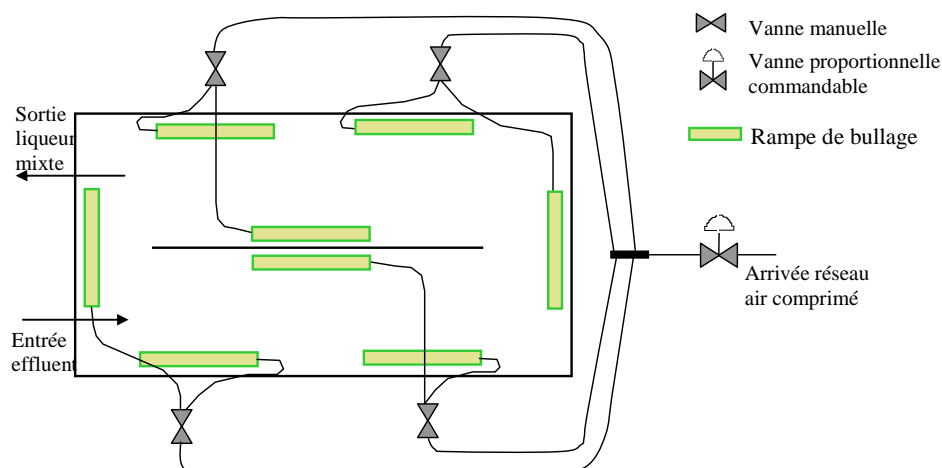


Figure 3.7 : Schéma de principe du système d'aération du pilote.

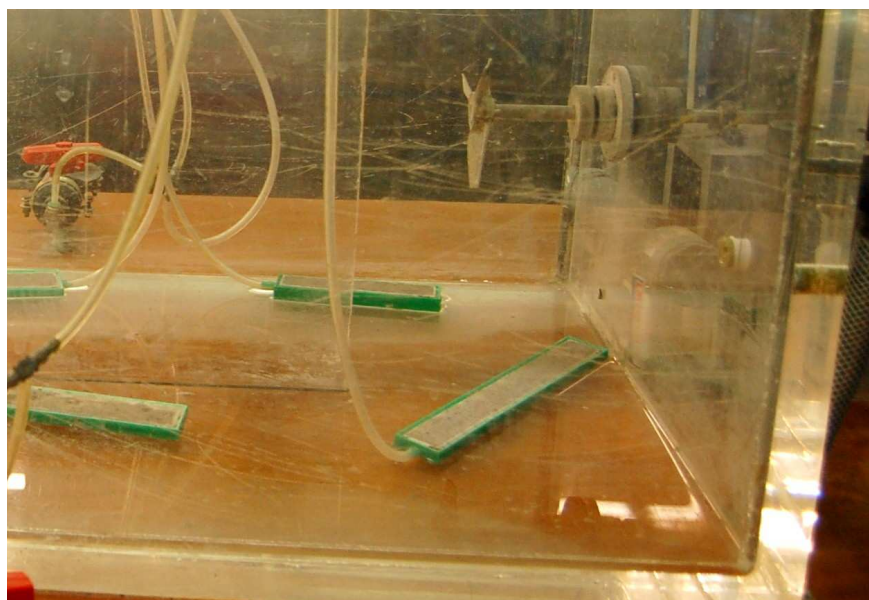


Figure 3.8 : Rampes de bullage.

Le calcul du débit d'oxygène nécessaire dans les conditions nominales (calcul détaillé en annexe F.1) a été réalisé en prenant :

- une quantité de DBO_5 à éliminer de $550 \text{ mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$ avec un débit d'entrée de $12,7 \text{ L} \cdot \text{h}^{-1}$, soit $0,167 \text{ kg}_{\text{O}_2 \text{ éliminée}} \cdot \text{j}^{-1}$;
- une concentration de biomasse dans le réacteur de $5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ pour un volume de 230 L soit une quantité de biomasse de $1,15 \text{ kg}$;
- un besoin de $0,6 \text{ kg}_{\text{O}_2} \cdot (\text{kg}_{\text{O}_2 \text{ éliminée}})^{-1}$ pour dégrader le substrat et d'un besoin de $0,1 \text{ kg}_{\text{O}_2} \cdot \text{kg}_{\text{MVS}}^{-1} \cdot \text{j}^{-1}$ pour le maintien de la cellule [Degrémont, 2005];

ce qui aboutit à un débit nécessaire en oxygène de $0,215 \text{ kg}_{\text{O}_2} \cdot \text{j}^{-1}$ soit $8,96 \text{ g}_{\text{O}_2} \cdot \text{h}^{-1}$. Disposant d'air comprimé et non d'oxygène, le débit d'air en entrée du pilote doit être de $38,7 \text{ g}_{\text{air}} \cdot \text{h}^{-1}$ soit $29,8 \text{ NL} \cdot \text{h}^{-1}$. Nous avons donc choisi d'utiliser une vanne – débitmètre massique de gamme $2 - 100 \text{ NL} \cdot \text{h}^{-1}$.

1.3.4 Le clarificateur secondaire

Le clarificateur (figure 3.9a) a pour but de séparer la phase liquide (eaux traitées) de la phase solide (biomasse). Pour cela, la liqueur mixte pénètre dans le clarificateur (figure 3.9b) à l'aide d'une pompe dont les caractéristiques sont présentées au paragraphe 1.3.5. L'eau claire est éliminée par surverse ; les boues sont aspirées pour être ré-acheminées vers le réacteur ou extraites.

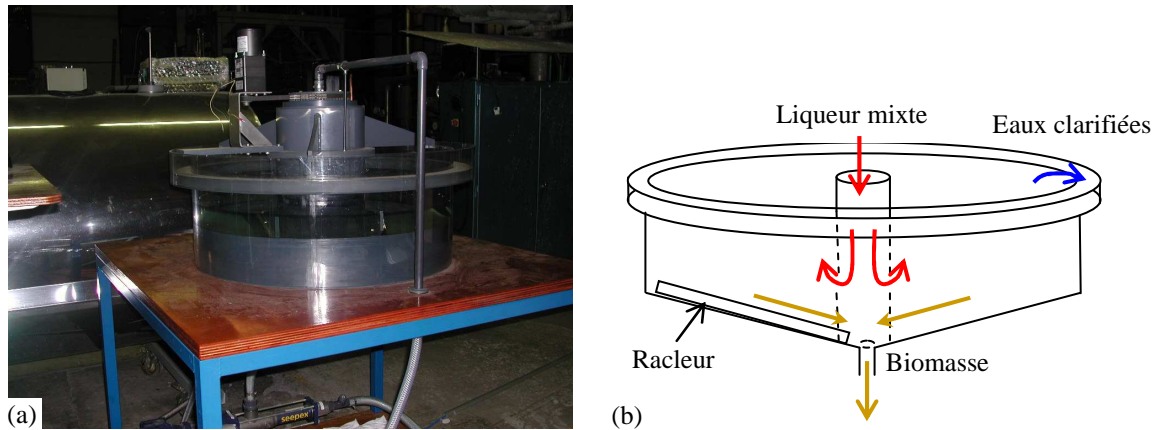


Figure 3.9 : (a) Clarificateur (b) Schéma du clarificateur.

Choix de la forme et dimensionnement

Deux formes géométriques étaient possibles pour la conception du clarificateur :

- un cylindre haut de faible rayon dont le fond est conique de pente 45° , dispositif qui se rencontre habituellement sur les pilotes de laboratoire ; cette forme permet de créer une colonne d'eau de hauteur suffisante pour une bonne décantation ;
- un cylindre de rayon beaucoup plus grand que la hauteur dont le fond est conique mais de faible pente (15°), un système de raclage est ajouté (figure 3.9b). Cette géométrie se rapproche de celle des clarificateurs industriels.

Au-delà de l'aspect biologique du traitement, le pilote est également conçu pour l'étude des phénomènes de décantation. Le rapprochement du fonctionnement de ce clarificateur vers celui des clarificateurs industriels est donc recherché. Nous avons par conséquent retenu la deuxième forme géométrique.

Le dimensionnement a été effectué en s'appuyant sur l'expression de la vitesse ascensionnelle v_0 dans le cas d'un clarificateur parfait [Beaudry, 1984] :

$$v_0 = \frac{Q - Q_R}{S} = \frac{Q_0}{S} \quad (\text{m.h}^{-1}) \quad \text{Eq. 3.1}$$

où Q ($\text{m}^3.\text{h}^{-1}$) est le débit en entrée du clarificateur.

Q_R ($\text{m}^3.\text{h}^{-1}$) est le débit de recyclage des boues.

Q_0 ($\text{m}^3.\text{h}^{-1}$) est le débit de l'effluent en entrée de station.

S (m^2) est la surface de clarification.

La vitesse ascensionnelle utilisée est celle préconisée par le Cemagref [Pronost *et al.*, 2002 ; Canler et Perret, 2005] qui est de $0,6 \text{ m.h}^{-1}$, valeur correspondant aux valeurs habituellement rencontrées sur les stations urbaines (cas de notre station urbaine support, tableau 3.2). En utilisant l'équation 3.1, nous aboutissons à une surface de clarification de $0,104 \text{ m}^2$ pour un débit d'entrée maximal de $62,5 \text{ L.h}^{-1}$. Cependant, nous avons fait le choix de surdimensionner la surface de clarification en basant le calcul sur le débit global entrant dans le clarificateur (débit de recyclage inclus avec $r = 3$), ce qui conduit à une surface de clarification de $0,42 \text{ m}^2$. Ceci permet de pouvoir fonctionner avec une vitesse ascensionnelle plus faible (cas de certaines stations industrielles notamment celle des Papeteries de Lancey, tableau 3.1) et d'assurer ainsi la bonne décantation de floes légers dont la présence est parfois observée sur les pilotes de laboratoire.

Les caractéristiques dimensionnelles principales du clarificateur sont donc (figure 3.10) :

- pente d'inclinaison de 15° ,
- diamètre extérieur de 76 cm,
- volume de 107 L,
- hauteur h_1 de 19,7 cm,
- hauteur h_2 de 7,5 cm.

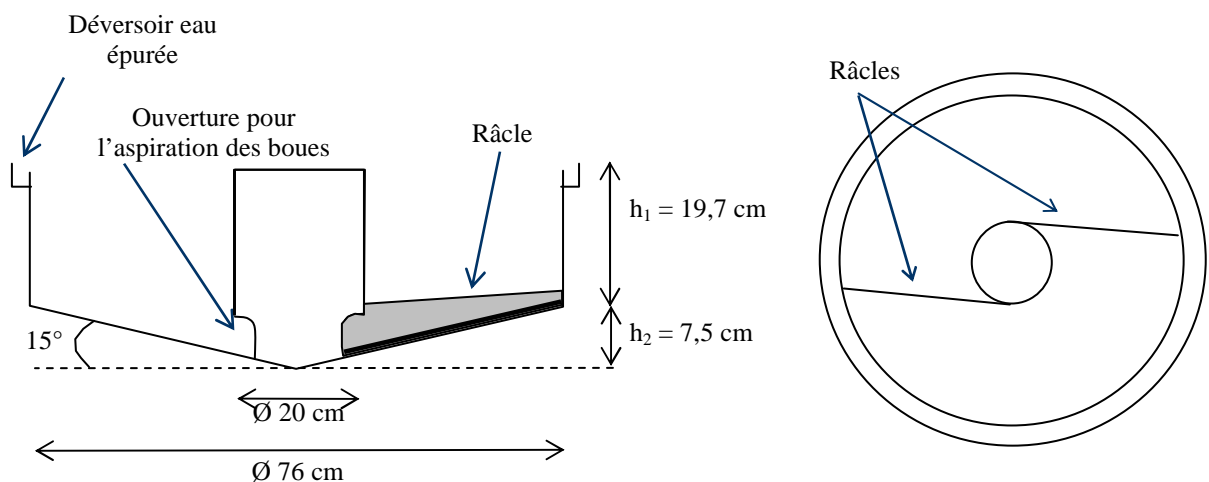


Figure 3.10 : Coupes du clarificateur.

Système de raclage

Un système de raclage (figure 3.10) constitué de deux bras en PVC munis de joints en caoutchouc pour améliorer le contact dans le fond du clarificateur a été ajouté. Ce système permet de faciliter la convergence des boues vers le point d'aspiration de la boucle de recyclage. Sa vitesse de rotation est de 3 tr.h^{-1} .

1.3.5 Système de circulation des liquides

Trois pompes sont nécessaires à la circulation :

- une pompe entre le bassin de stockage et le bassin tampon de capacité moyenne 30 L.h⁻¹ ;
- une pompe entre le réacteur et le clarificateur, de capacité moyenne 60 L.h⁻¹ ;
- une pompe en sortie de clarificateur, de capacité moyenne 45 L.h⁻¹.

Ces pompes sont des pompes volumétriques à vis sans fin afin de ne pas casser les floes, ce qui pourrait être le cas avec des pompes centrifuges.

Deux vannes TOR pneumatiques permettent de répartir les boues décantées entre la boucle de recyclage et la purge.

Un pressio-stat a été installé en aval de la pompe de recyclage afin d'éviter toute montée en pression en cas de fermeture non souhaitée des 2 vannes pneumatiques.

Les canalisations ont un diamètre de 12 mm, compromis entre risque d'obturation (diamètre trop petit) et risque de décantation (diamètre trop grand).

1.3.6 Instrumentation du pilote

Le procédé pilote a été équipé d'un certain nombre de capteurs correspondant aux capteurs rencontrés classiquement sur les stations industrielles et urbaines. Les données recueillies par ceux-ci permettent de fournir des informations sur le fonctionnement du procédé. Les capteurs choisis sont (caractéristiques en annexe F.2) :

- pH (WTW, Sensolyt 700 IQ) ;
- température (WTW, Sensolyt 700 IQ) ;
- redox (WTW, Sensolyt 700 IQ) ;
- conductimétrie (WTW, TetraCon 700 IQ) ;
- oxygène dissous (WTW, TriOxmatic) ;
- azote ammoniacal (WTW, AmmoLyt 700 IQ).

Deux autres types de capteurs sont utilisés :

- des capteurs de débit volumique (en amont du bassin tampon et sur la boucle de recyclage des boues) et massique (arrivée d'air comprimé) ;
- des capteurs de niveau tout ou rien (tank à lait et réacteur)
- un capteur de pression différentielle (réacteur).

Le schéma TI (Tuyauterie et Instrumentation, norme française NF E 04-203) présenté à la figure 3.11 décrit la position des différents capteurs et actionneurs sur le pilote.

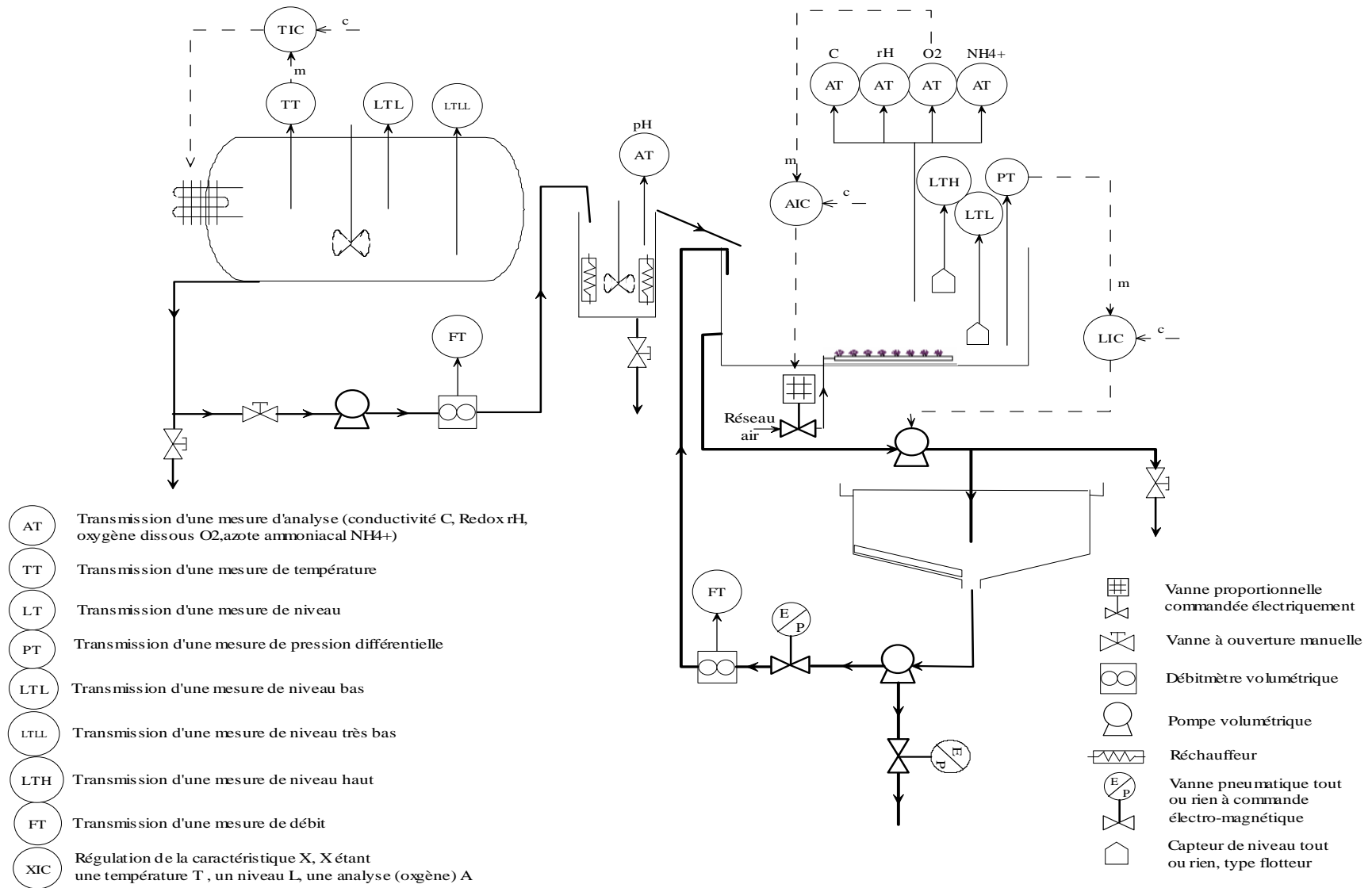


Figure 3.11 : Schéma Tuyauterie & Instrumentation du pilote.

1.3.7. Conclusion

Le tableau 3.3 présente les caractéristiques du pilote. Les deux dernières lignes correspondent aux caractéristiques permettant le changement d'échelle entre le pilote et les stations de référence. Les caractéristiques du fonctionnement nominal du pilote ont été ajoutées, elles ont été déterminées à partir des données de la station industrielle support qui a permis de tester le pilote (colonne *théorique*). La colonne *mise en oeuvre* indique les valeurs effectives lors de la première phase d'utilisation du pilote, les causes des écarts observés sont décrites au paragraphe 2.3 de ce chapitre.

Caractéristiques	Pilote			Station industrielle support	Station urbaine support
	Gamme de fonctionnement	Fonctionnement nominal			
		<i>théorique</i>	<i>mise en oeuvre</i>		
Temps de passage fictif réacteur θ_f (h)	1,6 – 28,8	18,1	19	18,1	7,2
Temps de passage réacteur t_S (h)	0,4 – 14,4	8,2	4,9	8,2	3,6
Taux de recyclage r	1 – 3	1,2	2,9	1,2	1
Périodicité purge(h) / recyclage(h)	0 / 24 – 24 / 0	0,5 / 6	1 / 5	-	-
Charge volumique C_v ($\text{kgO}_2 \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{j}^{-1}$)	0,46 – 8,2	0,73	0,69	0,73	1
[O ₂] ($\text{mgO}_2 \cdot \text{L}^{-1}$)	0,5 – 8,9	2,5	2,5	3	1,5
MVS ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	2 – 8	5	1,5 – 2	5	2,95
Volume du réacteur V (m^3)	0,1 – 0,3	0,23	0,23	4000	6000
Débit d'entrée Q_0 ($\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$)	0,25 – 1,5	0,3	0,29	5300	20000

Tableau 3.3 : Caractéristiques de fonctionnement du procédé pilote.

La modularité du procédé pilote est démontrée par ce tableau. Les gammes de valeurs parcourues englobent tout à fait les valeurs des caractéristiques des deux stations supports. L'objectif d'obtenir un pilote qui permette de transposer les conditions opératoires urbaines et industrielles des stations supports de l'étude est atteint.

1.4. Supervision du pilote

L'objectif de la conception du pilote a été de développer un outil représentatif du fonctionnement d'une large gamme de stations industrielles et urbaines. De ce fait, malgré la différence d'échelle, nous rencontrons les mêmes contraintes de fonctionnement que sur les stations réelles, à savoir : un fonctionnement fiable et sûr, un suivi du comportement à travers l'historisation des données, la présence de boucles de commande,... Il est donc nécessaire de faire intervenir un système de supervision de l'installation pour satisfaire ces contraintes.

Nous rappellerons dans un premier temps le rôle de cet outil. Puis, nous présenterons le matériel utilisé et les méthodes employées pour sa conception. Une description de l'outil développé conclura cette partie.

1.4.1 Rôle de la supervision

Dans le cadre de notre application, les tâches du système de supervision sont multiples :

- permettre l'utilisation du pilote dans différents modes de fonctionnement ;
- détecter la présence de défaut et choisir un mode de repli adéquat ;
- faire le lien entre l'opérateur humain et les actionneurs (envoi de consignes, calcul de commandes dans le cas de boucles de régulation) en proposant une interface fiable, compréhensible et simple d'utilisation ;
- archiver les données issues des capteurs, des envois de commandes et consignes ;
- assurer la sécurité des personnes et du matériel.

Cet outil se trouve à l'interface entre l'opérateur humain et le procédé comme le montre la figure 3.12, la communication (échange d'information) entre les éléments étant représentée par des flèches.

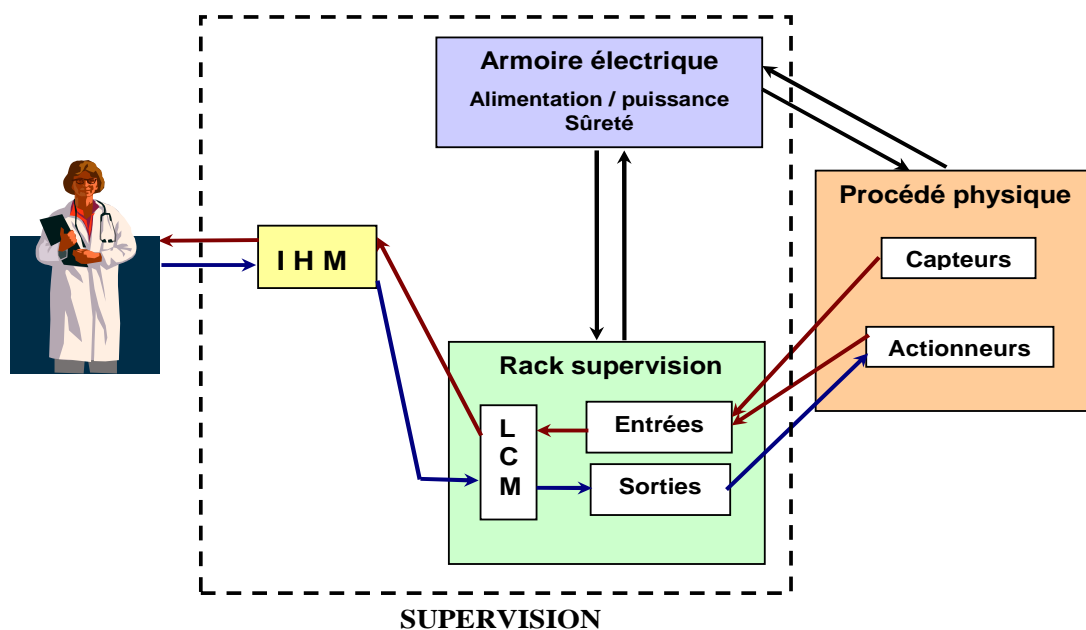


Figure 3.12 : Architecture matérielle de l'installation et flux d'information.

Cet outil est composé de :

- une armoire électrique afin d'assurer une sécurité maximale ;
- un rack de supervision contenant des cartes entrée / sortie et une carte mère contenant un OS temps réel (Operating System) sur lequel est implanté le programme de gestion ;
- une Interface Homme-Machine.

1.4.2. Matériel et méthode

L'armoire électrique

Ce dispositif a pour fonction d'alimenter en puissance le pilote et d'intervenir immédiatement en cas de dysfonctionnement non détecté et résolu par le superviseur [Buche, 2005]. Cette armoire assure en outre la sécurité des personnes et du matériel électrique.

Le superviseur

La supervision de l'ensemble du procédé est assurée par l'outil industriel PC3000, commercialisé par la société Eurotherm®. L'architecture de la programmation est réalisée en 2 niveaux :

- un premier niveau définissant des blocs élémentaires correspondant chacun à une tâche précise : contrôleur, acquisition d'une donnée, envoi d'une consigne, ...
- un second niveau mettant en relation l'ensemble de ces blocs par l'intermédiaire d'un grafset. Ce niveau final permet de gérer les flux d'information entre les différents blocs (flux de données et flux de contrôle).

Ce superviseur est composé d'une carte mère, pour le stockage des données et l'exécution des programmes, et de différentes cartes entrée / sortie permettant la communication entre le procédé et le superviseur. Il est également pourvu de ports RS422 et RS485 afin d'être relié à l'IHM.

Les liens existants entre les différents composants de cette installation sont rappelés sur la figure 3.12. L'information fournie par un capteur (ou un composant électrique de l'armoire principale) entre tout d'abord sur l'une des cartes d'acquisition (*Input*) du PC3000, est interprétée et, si demandé, analysée par la carte mère (Local Controller Module) puis est transmise via le port série à l'interface homme-machine. Lorsque l'opérateur souhaite envoyer une consigne sur un actionneur, l'information suit le chemin inverse.

Lors du fonctionnement du pilote, la prise de décision est répartie entre l'opérateur et le superviseur (choix pré-programmés). Le choix du mode de fonctionnement, des consignes sera par exemple attribué à l'opérateur. En revanche, le passage en mode dégradé lors de la détection d'un dysfonctionnement ou encore le changement préprogrammé d'une consigne seront associés au superviseur.

Cet outil a été choisi pour les nombreuses possibilités de supervision offertes. Bien qu'il soit aujourd'hui utilisé de façon standard, le superviseur permettra, grâce à l'ensemble de ces fonctionnalités, l'implantation de boucles de commande avancées ou d'observateurs sur le pilote. Il existe par exemple des blocs élémentaires permettant de faire intervenir des programmes en langage C. Cet outil répond donc tout à fait à nos besoins.

Gestion des modes de fonctionnement

La programmation du superviseur a été réalisée sous l'interface WinPS©, spécialement dédiée au PC3000. Ergonomique, elle permet de choisir les caractéristiques de chaque port entrée / sortie selon les actionneurs ou capteurs auxquels ils sont attribués. La construction du graficet de gestion des modes de fonctionnement est également facilitée par une interface windows.

Pour mener à bien cette programmation, une réflexion globale a été effectuée sur le fonctionnement du pilote en s'appuyant sur la méthode du GEMMA (Guide d'Etude des Modes de Marche et d'Arrêt [Moreno et Peulot, 1997]. Développé par l'ADEPA (Agence pour le DEveloppement de la Productique Appliquée), le GEMMA est un guide graphique structuré qui propose des modes de fonctionnement types. Ceux-ci sont regroupés en trois familles :

- famille F : procédures de fonctionnement ;
- famille A : procédures d'arrêt ;
- famille D : procédures de défaillance.

Il ne s'agit pas d'un outil figé, il est modulable suivant les spécifications à obtenir. Une attention particulière a été apportée au problème des dysfonctionnements. En effet, chaque dysfonctionnement peut avoir des conséquences particulières qui peuvent être préjudiciables aux actionneurs ou au maintien de la biomasse. Il est donc indispensable de référencer l'ensemble des dysfonctionnements pouvant se produire sur le pilote. La liste des conséquences possibles associées permet de déduire un mode de fonctionnement dégradé adapté afin de minimiser les impacts sur le pilote. Chaque élément (actionneurs, réacteur, bassin tampon, clarificateur, tuyaux) a été analysé. Les résultats sont précisés en annexe F.3.

L'Interface Homme-Machine

L'IHM a été développée grâce au logiciel PCVUE32© produit par la société ARC Informatique. Répondant aux normes de fiabilité et de performance de l'industrie, il s'agit d'un outil flexible destiné à la supervision de procédés industriels.

1.4.3. Présentation de l'outil proposé

Les modes de fonctionnement

Comme tout procédé industriel, le pilote peut être employé sous différents modes de fonctionnement pour une plus grande souplesse d'utilisation. Sont disponibles :

- mode automatique ;
- mode manuel ;
- mode de fonctionnement dégradé ;
- phase de préparation ;
- phase d'arrêt du procédé.

Le mode automatique

Ce mode de fonctionnement correspond au fonctionnement normal du procédé. Le procédé comporte ici trois boucles locales de régulation dont les consignes par défaut correspondent au fonctionnement nominal présenté au paragraphe 1.3.7 :

- régulation du pH de l'effluent en agissant sur la pompe doseuse ;
- régulation du niveau d'eau dans le réacteur en agissant sur la pompe située en sortie du réacteur afin de fixer le débit de sortie au débit d'entrée ;
- régulation de la concentration en oxygène dissous dans le réacteur en agissant sur la vanne proportionnelle d'arrivée d'air.

L'opérateur peut faire varier librement la valeur des consignes en fonction des conditions opératoires recherchées. Il peut également agir sur les actionneurs non concernés par les boucles de commande en choisissant leur état (marche ou arrêt) ou en modifiant les valeurs manuelles des commandes associées à chacun. Par la suite, ce mode de fonctionnement contiendra des tâches plus complexes (boucles de commande avancée, observateur,...).

Le mode manuel

Ce mode est généralement employé lors de phases de test et de mises au point ou pour résoudre un dysfonctionnement. Contrairement au mode automatique, le mode manuel permet à l'opérateur d'agir sur l'ensemble des actionneurs, il n'y a plus de boucles de régulation. Par conséquent, même si les dysfonctionnements détectés par le superviseur sont annoncés à l'opérateur, le superviseur ne se place pas en mode de fonctionnement dégradé. Le problème doit être résolu par l'opérateur. En revanche, les dysfonctionnements qui mettent en jeu la sécurité des personnes et du matériel, non perçus par le superviseur, seront directement traités, comme en mode automatique, par l'armoire électrique.

Le mode de fonctionnement dégradé

Au cours du fonctionnement en mode automatique, plusieurs dysfonctionnements peuvent survenir. Il peut s'agir d'un simple arrêt du racleur ou, plus grave, d'une coupure de l'alimentation en air. L'ensemble des dysfonctionnements et des actions associées est répertorié en annexe F.3.

Lorsqu'un tel phénomène survient, la détection est tout d'abord faite par le PC3000. Celui-ci se place alors en mode de fonctionnement dégradé et choisit de conserver tel ou tel actionneur tandis que les autres sont arrêtés afin de limiter d'éventuelles aggravations de la situation. Le but est en premier lieu la protection des personnes, puis du matériel et enfin de la biomasse. L'opérateur n'a alors plus la possibilité de modifier les consignes ou l'état des actionneurs. Il doit tout d'abord arrêter le procédé, résoudre le problème puis acquitter le défaut avant de pouvoir redémarrer. Un message d'erreur apparaît à l'écran indiquant la nature du dysfonctionnement. Cependant, dans le cas où le superviseur ne détecterait pas l'un de ces dysfonctionnements, l'armoire électrique prendra en charge l'arrêt des actionneurs et la mise en sécurité du procédé.

En outre, lorsque le procédé est en mode de fonctionnement dégradé pour une raison déterminée et qu'un autre dysfonctionnement survient, le PC3000 rendra prioritaire la gestion du dysfonctionnement le plus grave.

Phase de préparation et d'arrêt

Au démarrage, le procédé doit passer par une phase de préparation avant d'être opérationnel. Cette phase permet la mise à jour de la gestion des défauts, la vérification de la hauteur d'eau dans les différents bassins, ainsi que, pour le mode automatique, la mise en route de l'ensemble des actionneurs à une consigne de référence.

Inversement, la phase d'arrêt entraîne l'arrêt de l'ensemble des actionneurs avant de se trouver dans l'état *arrêt*.

L'Interface Homme-Machine

Le synoptique de l'IHM est présenté sur la figure 3.13.

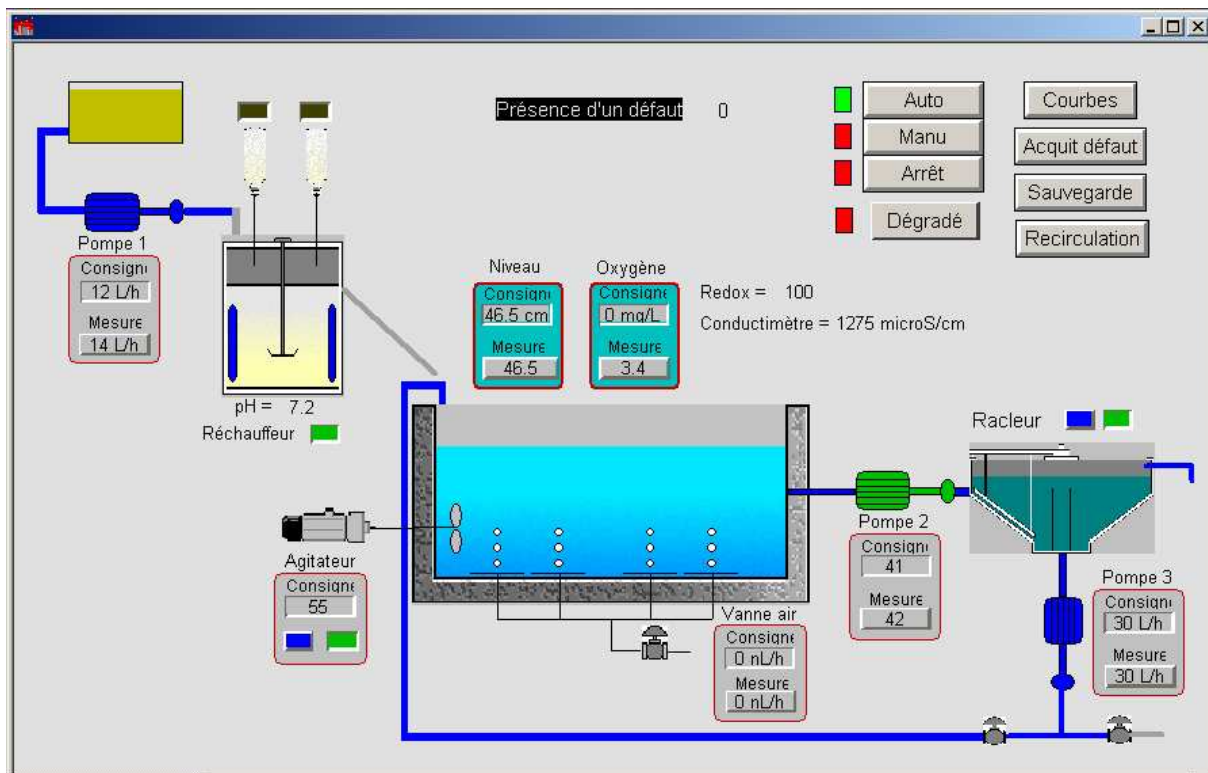


Figure 3.13 : Synoptique de l'Interface Homme-Machine du pilote.

L'ensemble des composants du pilote est représenté sur ce synoptique : réservoir, bassin tampon, réacteur, clarificateur, boucles de circulations des liquides, capteurs et actionneurs. Plusieurs caractéristiques sont associées à chaque actionneur : état de fonctionnement (arrêt – marche – en mode dégradé), les consignes et mesures. Un code de couleur a été proposé pour faciliter la lecture.

Les boutons situés en haut à droite de l'écran permettent le changement de mode de fonctionnement ainsi qu'un certain nombre d'autres fonctions, à savoir :

- l'affichage des courbes sous forme d'historique de tendances ;
- l'acquiescement de défaut lorsqu'un dysfonctionnement a été résolu ;

- la sauvegarde des données reçues des capteurs et des différentes consignes, la période de sauvegarde étant de une minute mais elle peut être modifiée en fonction des besoins ;
- le choix des paramètres de recyclage et de purge.

Une description complète de l'utilisation du synoptique est proposée dans le « Guide utilisateur » [Bassompierre, 2006].

1.5. Mesures effectuées par prélèvement

Choix des points de prélèvement

Les points de prélèvements ont été choisis de manière à d'une part, dissocier l'influence de chacune des phases de traitement sur la composition de l'effluent et, d'autre part, obtenir l'information nécessaire à la validation du modèle établi, à savoir les compositions de l'effluent d'entrée, de la liqueur mixte provenant de la boucle de recyclage et de la sortie du réacteur et de l'eau épurée. Quatre points de prélèvements sont présents sur le pilote (figure 3.14) :

- point ① : entrée du bioréacteur ;
- point ② : sortie du bioréacteur ;
- point ③ : boucle de recyclage des boues ;
- point ④ : sortie de l'eau épurée.

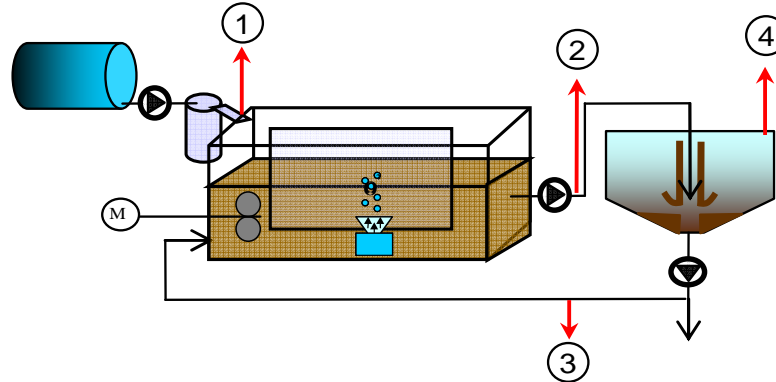


Figure 3.14 : Emplacement des points de prélèvement du pilote

Mesures réalisées

Les mesures réalisées ont été choisies en fonction de la concordance avec les mesures habituellement utilisées sur site réel, de la richesse de l'information apportée et du matériel opératoire disponible. Elles sont au nombre de sept :

DCO_T DCO₅ DBO₅ DBO₂₁ MES MVS azote ammoniacal

L'indice de Molhman a également été réalisé afin d'obtenir une indication sur la décantabilité de la boue. Les protocoles opératoires adoptés pour chacune de ces mesures sont indiqués en annexe A.2.

Remarque : nous considérerons pour notre étude que les composés organiques biodégradables « particuliers » sont majoritairement pris en compte dans les mesures de DCO_S et de DBO. En effet, leur faible taille leur permet de traverser le filtre lors de la filtration de l'échantillon et donc de se retrouver dans la partie soluble. En outre, comme nous le verrons par la suite (paragraphe 2.3.1), l'effluent à traiter contient très peu de matières particulaires, nous pourrions donc négliger au sein de la variable XS_S les composés organiques biodégradables particuliers non présents dans la partie soluble.

Fréquence des mesures et protocole de prélèvement

Le suivi de l'état du procédé au travers des mesures a été fait à 3 niveaux différents :

- un premier niveau N1 pour vérifier l'état global du procédé (abattement de la pollution et état de la biomasse), réalisé durant toute la période de fonctionnement du pilote ;
- un second niveau N2 pour connaître l'état complet du pilote à un instant donné (point de fonctionnement dans le cas d'un régime stabilisé), le temps de passage des différents éléments (réacteur et clarificateur) a été pris en compte dans ce niveau en décalant les instants de prélèvement de $t_{S_réacteur}$ et $t_{S_clarificateur}$;
- un dernier niveau N3 dédié aux campagnes de mesure, se superposant au niveau N1.

La fréquence de réalisation des mesures et le mode de prélèvement sont fonctions du niveau auquel on se trouve. Le tableau 3.4 présente les mesures réalisées et leur fréquence en fonction du niveau de suivi et du point de prélèvement.

		Niveau N1	Niveau N2	Niveau N3
Point ①	Fréquence	Au chargement + 2h	Ponctuellement	
	Mesures	DCO _T , DCO _S DBO ₅ , DBO ₂₁ MES, MVS Azote ammoniacal	DCO _T , DCO _S DBO ₅ , DBO ₂₁ MES, MVS Azote ammoniacal	Id. niveau N1
Point ②	Fréquence	1 / jour	Ponctuellement	1 / 4h
	Mesures	MES, MVS	DCO _T , DCO _S DBO ₅ , DBO ₂₁ MES, MVS Azote ammoniacal	DCO _T , DCO _S MES Azote ammoniacal
Point ③	Fréquence	1 / jour	Ponctuellement	1 / 4h
	Mesures	MES, MVS	DCO _T , DCO _S DBO ₅ , DBO ₂₁ MES, MVS Azote ammoniacal	MES
Point ④	Fréquence	1 / jour	Ponctuellement	1 / jour
	Mesures	DCO _T , DCO _S	DCO _T , DCO _S DBO ₅ , DBO ₂₁ MES, MVS Azote ammoniacal	Id. niveau N1 + DBO ₅ , MES, MVS

Tableau 3.4 : Mesures réalisées en fonction du point de prélèvement et du niveau de suivi.

Le prélèvement des échantillons a été fait manuellement pour les points ① et ④ (volume d'échantillon : 1 L). En ce qui concerne les points ② et ③, le prélèvement était manuel pour les niveaux N1 et N2 (volume d'échantillon : 1 L) et automatique pour le niveau N3 (volume d'échantillon : 500 mL). Le prélèvement automatique a été effectué grâce à des préleveurs automatiques non réfrigérés (caractéristiques en annexe F.2). Par ailleurs, les prélèvements au point ① ont été réalisés deux heures après rechargement de l'effluent dans le tank afin de s'assurer de l'homogénéité de l'effluent entrant dans le réacteur biologique.

Les échantillons prélevés manuellement ont été analysés dans un délai d'une heure après prélèvement. En revanche, les échantillons prélevés automatiquement et stockés dans les préleveurs automatiques n'ont été récupérés qu'une fois par jour. Ils couvraient donc une période de 24 heures de prélèvements. Aussi, une éventuelle dégradation des échantillons due à leur conservation durant plusieurs heures à température ambiante dans les préleveurs avant analyse a été étudiée sur le critère de pollution utilisé pour la constitution de la base de données, les MES. La concentration de MES obtenue à l'issue d'un prélèvement automatique et analysée au bout d'une durée de 12h en moyenne est plus faible de l'ordre de 50 % que celle obtenue juste après un prélèvement manuel. Cette différence de résultat a été prise en compte pour l'écriture des bases de données dédiées à l'identification et la validation du modèle papetier : une pondération par un facteur deux a été placée sur chaque mesure de MES.

Remarque : étant donné la fréquence des prélèvements, la masse de biomasse extraite dans les échantillons est négligeable par rapport à la masse de biomasse extraite en sortie de clarificateur par la purge : dans le cas du niveau N1, la masse de biomasse extraite quotidiennement dans les échantillons représente 1,2% de la masse de biomasse extraite pour la purge ; dans le cas du niveau N3 ajouté au niveau N1, la masse extraite représente 4,6%. De ce fait, les prélèvements d'échantillons au sein du réacteur et du clarificateur n'ont pas perturbé l'équilibre de la biomasse et, par extension, le traitement de l'effluent.

2. Etudes préliminaires et fonctionnement du pilote

L'objectif de ces études préliminaires est de caractériser le fonctionnement du pilote et ainsi valider sa conception. Nous nous sommes intéressés dans un premier temps à la caractérisation hydrodynamique du réacteur et à la caractérisation du système d'aération. Le fonctionnement de la chaîne de traitement (boues + effluent) a ensuite été étudié, ce qui a permis d'améliorer certains points de fonctionnement (aération, raclage, points de prélèvements, supervision ...). Cette étape a également permis de caractériser l'effluent papetier utilisé et de déterminer les performances du pilote.

2.1. Etude hydrodynamique

2.1.1 Introduction

L'objectif de cette étude est de déterminer les caractéristiques hydrodynamiques du réacteur afin de vérifier que le modèle hydrodynamique proposé dans le chapitre 2 (un unique compartiment parfaitement agité) est représentatif de la réalité.

Les caractéristiques hydrodynamiques d'un réacteur sont généralement analysées au travers d'une étude de Distribution de Temps de Séjour (DTS) [Potier, 1993 ; Villiermaux, 1993]. Le principe utilisé pour déterminer le temps de passage est de marquer les particules entrant dans le bioréacteur et de les observer en sortie afin de connaître leur temps de passage et leur concentration. Cette technique appelée « traçage » consiste à ajouter au débit d'entrée un traceur, substance inerte n'ayant pas d'interaction chimique ou physique avec le réacteur mais qui possède les mêmes propriétés physicochimiques que le fluide, à l'exception d'une seule, telle que la couleur, la conductivité ou encore la radioactivité. Le traceur peut être classiquement injecté sous forme d'impulsion (Dirac) ou d'échelon, la première forme étant la plus couramment utilisée car plus simple à mettre en œuvre sur les procédés à boues activées. L'observation des variations de la concentration en traceur $C(t)$ en sortie de réacteur permet alors de déterminer la distribution de temps de séjour notée $E(t)$:

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_0^{+\infty} C(t).dt} \quad \text{Eq. 3.2}$$

$E(t)$ vérifiant :

$$\int_0^{+\infty} E(t).dt = 1 \quad \text{Eq. 3.3}$$

Outre le fait de modéliser le comportement hydrodynamique du réacteur, nous souhaitons au travers de cette analyse vérifier que l'hydrodynamique du pilote en configuration carrousel et pour les débits appropriés est représentative de celle de la station industrielle support de notre étude [Bassompierre *et al.*, 2005].

2.1.2 Protocole expérimental

La caractérisation de la DTS a été réalisée dans un premier temps en eau claire (sans effluent et biomasse) et sans aération. Du fait d'imprévus techniques entraînant des retards, les expériences en milieu aéré n'ont pu être réalisées. Cependant, comme nous allons le voir, ces premiers résultats obtenus sur le pilote se rapprochent de ceux obtenus sur site industriel en milieu aéré.

Le traceur utilisé ici est une solution de KCl 3M. Son injection a été réalisée sous forme d'un pic de Dirac (injection dans un temps très court de 75 mL de traceur dans le débit entrant). La figure

3.15 présente la configuration expérimentale de l'étude. L'injection est réalisée en entrée du réacteur, directement dans le bassin, et la sonde de conductivité est placée juste devant la sortie du réacteur (2 cm), l'installation sur la conduite de sortie étant impossible physiquement dans un premier temps. Le réacteur est en configuration carrousel, le volume d'eau de 200 L (hauteur d'eau de 40 cm), le débit d'entrée Q_0 de 30 L.h⁻¹ auquel vient s'ajouter un débit de recyclage Q_R de 60 L.h⁻¹ (correspondant à un taux de recyclage de 2).

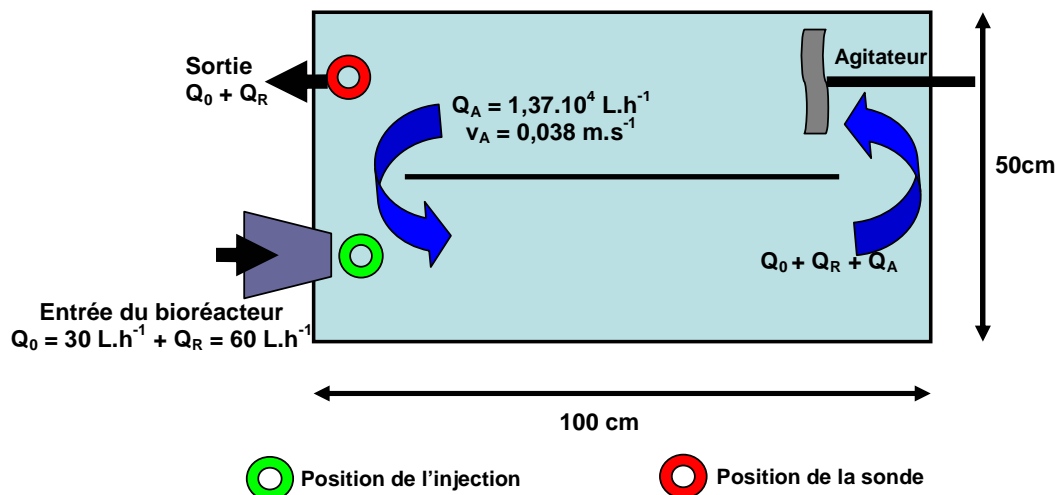


Figure 3.15 : Configuration expérimentale pour la mesure de DTS.

L'enregistrement des données a été réalisé à l'aide du superviseur à raison d'un point par seconde. La durée d'acquisition a été fixée à une durée maximale de 5 h pour des raisons techniques et logistiques.

L'exploitation des données brutes a été faite à partir du logiciel DTS Pro[®] version 4.2. Ce logiciel permet de construire le modèle hydrodynamique du réacteur en utilisant des modèles élémentaires représentant des cas idéaux. Un réacteur réel est donc modélisé par une succession de réacteurs idéaux tels que Réacteur Parfaitement Agité, Réacteur à Ecoulement Piston, Volume Mort, Court-circuit, ... [Villermaux, 1993]. Le logiciel identifie alors les paramètres de ces modèles élémentaires (temps de passage, volume) afin de diminuer au maximum l'écart entre les points simulés et les points mesurés.

La reproductibilité des essais a été vérifiée en réalisant 6 mesures de DTS dans des conditions expérimentales identiques.

2.1.3. Résultats et discussion

Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 3.16, l'instant initial $t = 0$ s correspondant à l'instant d'injection du traceur dans le flux d'entrée. La fonction de DTS tracée correspond au ratio de la concentration instantanée en traceur sur la concentration totale retrouvée en sortie (aire sous la

courbe expérimentale). Comme indiqué précédemment, l'expérimentation a été arrêtée avant que la concentration en traceur dans le réacteur ait atteint une valeur nulle. De ce fait, la quantité totale de traceur en sortie de réacteur est inférieure à celle apportée par l'injection.

Après avoir réalisé plusieurs essais de modélisation et bien que le résultat ne corresponde pas avec précision aux mesures, principalement au centre de la courbe, un modèle hydrodynamique du réacteur a été proposée. Ce modèle est composé d'un réacteur à écoulement piston suivi d'un réacteur parfaitement agité.

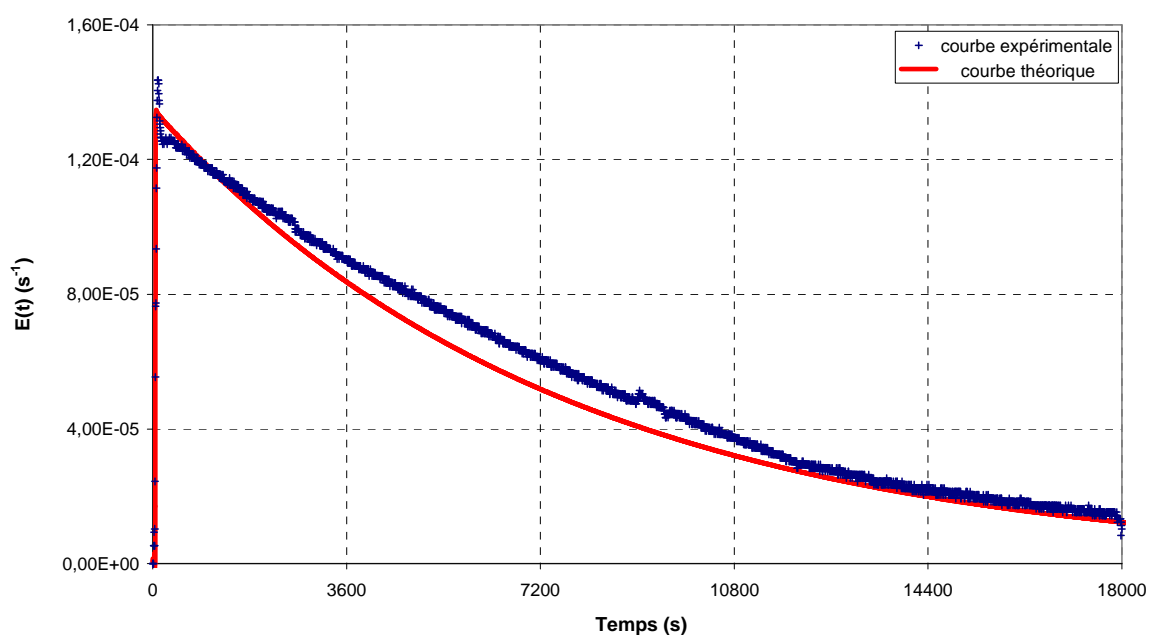


Figure 3.16 : Distribution du temps de séjour $E(t)$ – Comparaison des courbes expérimentale et modélisée.

La figure 3.17 présente une vue rapprochée des courbes lors des premières secondes de l'expérimentation. On peut ainsi se rendre compte du retard dû à l'écoulement piston avant homogénéisation de la concentration en traceur au sein du réacteur (52 s). Les paramètres caractéristiques du modèle hydrodynamique, obtenus avec le logiciel DTS Pro[®], sont regroupés dans le tableau 3.5.

		Temps de séjour moyen (s)	Volume (L)	Débit traversant (L.h ⁻¹)
Modèle	Réacteur piston	52	1,3	90
	Réacteur parfaitement agité	7750	193,75	90
Réacteur réel		8000	200	90

Tableau 3.5 : Tableau récapitulatifs des paramètres caractéristiques du modèle hydrodynamique et du procédé physique.

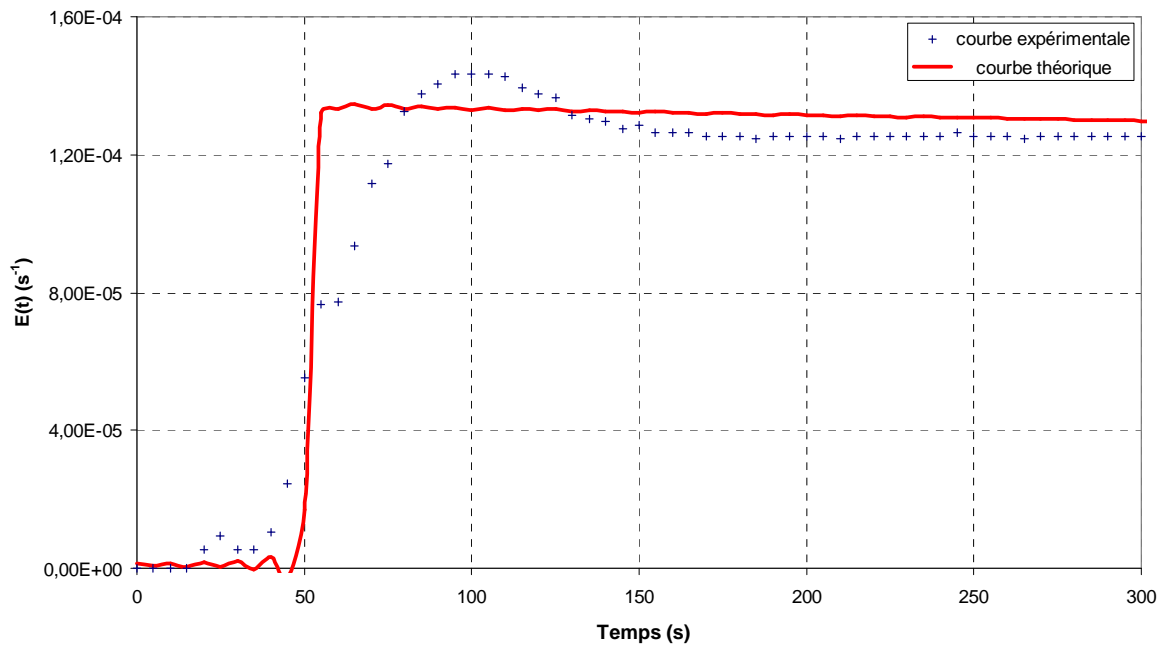


Figure 3.17 : Zoom de $E(t)$ sur le début de l'expérimentation.

Les résultats obtenus sont cohérents avec les observations expérimentales et les caractéristiques dimensionnelles du réacteur biologique. Ainsi, la somme des volumes des réacteurs du modèle est très proche du volume réel du réacteur (2,5 % d'erreur relative). Le léger écart observé est expliqué par l'arrêt de l'expérimentation avant l'obtention d'une concentration en traceur nulle en sortie de réacteur, ce qui a entraîné une sous-estimation du temps de séjour moyen dans le RPAC et donc de son volume. Par ailleurs, la présence d'un réacteur piston dans le modèle permet de simuler le retard dû au temps nécessaire pour parcourir le chemin entrée / sortie. Lors de l'estimation expérimentale de la vitesse de circulation à l'intérieur du bassin, nous avons observé que les premières molécules de traceur coloré mettaient environ 72 s à atteindre la sonde de conductivité. La faible différence entre ces deux résultats provient probablement d'une dispersion du traceur au sein du réacteur avant d'atteindre la sonde de mesure, dispersion visible à l'œil dans le cas du traceur coloré. L'augmentation de la concentration lue par la sonde n'est alors pas brutale mais plus étalée comme le montre la figure 3.17. Lors de l'optimisation des paramètres du modèle, l'algorithme propose donc un temps de séjour intermédiaire. Ce résultat a par ailleurs permis d'estimer le débit global de circulation au sein du réacteur à $1,38 \cdot 10^4 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$, mettant ainsi en évidence les très faibles valeurs des débits Q_0 et Q_R vis-à-vis du débit de recirculation interne Q_A .

Le temps de passage estimé pour le réacteur parfaitement agité (7750 s) est très proche de la valeur réelle de 8000 s. Le réacteur se comporte donc globalement comme un réacteur parfaitement agité. Une étude de DTS en configuration aérée s'approchera probablement de ce même résultat étant donné l'homogénéisation supplémentaire du milieu par les bulles d'air. Par ailleurs, les résultats obtenus sont conformes aux données expérimentales de la station industrielle support (données

confidentielles). Le premier test d'adaptation de la configuration du pilote à une station réelle, à savoir la station industrielle support, est donc satisfaisant.

Ces résultats pourront être complétés et affinés en considérant d'autres configurations d'écoulement du réacteur et ceci en eau claire mais aussi lors du traitement de l'effluent (présence de liqueur mixte). En effet, différentes analyses ont montré que l'hydrodynamique exerce un rôle non négligeable sur le traitement de l'effluent. Ainsi, le taux de conversion de l'effluent vers la biomasse semble être plus important dans un réacteur à écoulement piston que dans un réacteur parfaitement agité [Grievies *et al.*, 1964 ; Villermaux, 1993]. Cependant, comme le montre [Toerber *et al.*, 1974], ces conclusions dépendent fortement des conditions opératoires. Il sera donc intéressant d'étudier l'influence de la mise en place de chicanes sur l'hydrodynamique [Potier *et al.*, 1998] et l'efficacité du traitement.

2.2. Caractérisation de l'aération

2.2.1 Introduction

Le but de cette étude est de caractériser les performances du système d'aération par diffuseurs fines bulles (transfert de l'oxygène vers la phase liquide). Le taux de transfert de l'oxygène du milieu gazeux vers le milieu liquide est donné par l'équation de diffusion de Fick, appliquée au travers d'une paroi liquide. Pour un réacteur complètement mélangé, un bilan de matière permet d'écrire l'évolution de la concentration en oxygène dissous en fonction du temps selon l'équation [Roustan, 2003] :

$$\frac{dS_o}{dt} = k_l a (S_o^* - S_o) \quad \text{Eq. 3.4}$$

où $k_l a$ est le coefficient de transfert volumique de l'oxygène (j^{-1}).

S_o est la concentration en oxygène dissous (mg.L^{-1}).

S_o^* est la concentration en oxygène dissous à l'équilibre thermodynamique dans le milieu liquide étudié (mg.L^{-1}).

Afin d'utiliser cette équation au sein de notre modèle, ce qui apportera l'information sur la quantité d'oxygène présente dans le milieu et disponible pour la biomasse, il est nécessaire d'identifier le paramètre $k_l a$ qui dépend directement du système physique insufflant de l'air mais aussi des conditions opératoires. Du fait de la diversité des systèmes employés, ce paramètre peut varier de manière importante. Dans notre cas, la quantité d'air apportée, et par extension le paramètre $k_l a$, est fonction du pourcentage d'ouverture de la vanne. Plusieurs tests ont donc été réalisés afin d'obtenir l'allure de la courbe $k_l a = f(\% \text{ ouverture vanne})$.

2.2.2. Protocole expérimental

Pour simplifier le protocole expérimental, l'étude a été réalisée en eau claire, en conditions normales de fonctionnement ($V = 230$ L, agitation, réacteur fermé) et à température ambiante (avoisinant les 18°C). Les emplacements des rampes de bullage et de la sonde d'oxygène dissous sont indiqués sur la figure 3.18.

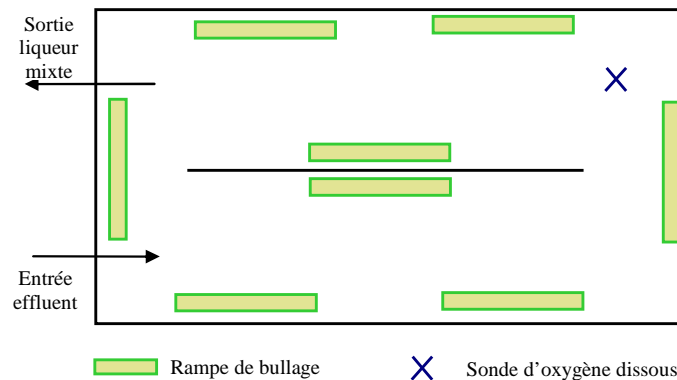


Figure 3.18 : Configuration expérimentale pour la mesure de k_1a .

La détermination du paramètre k_1a s'effectue en 3 étapes après avoir préalablement rempli la cuve d'eau [Roustan, 2003] :

1. désoxygénation de l'eau à l'aide d'une solution de sulfite de sodium Na_2SO_3 (7,9 ppm de Na_2SO_3) pour 1 ppm d'oxygène, soit 14,5g pour un volume de 230 L saturé en O_2 . Cette réaction de désoxygénation est accélérée par un catalyseur, le chlorure de cobalt CoCl_2 (Co^{2+} à 1,5 ppm minimum soit 0,35 g de CoCl_2) ;
2. après désoxygénation complète du milieu, la vanne contrôlant l'apport d'air est ouverte à un pourcentage x , l'acquisition des points est réalisée toutes les minutes par le superviseur jusqu'à l'obtention du niveau de saturation en oxygène dissous (figure 3.19a) ;
3. l'analyse des données s'effectue en estimant par régression linéaire la pente de la droite d'équation (figure 3.19b) :

$$\ln(S_o^* - S_o(t)) = -k_1a \cdot t \quad \text{Eq. 3.5}$$

Ces trois étapes ont été réalisées plusieurs fois afin de balayer la gamme de valeur d'ouverture de la vanne et de vérifier la reproductibilité des résultats.

Remarque 1 : Après avoir vérifié la concordance des résultats entre S_o^* (9 mg.L^{-1} à 20°C , [Lide, 2003]) et S_o à saturation en fin d'expérience, nous avons considéré que ces deux valeurs étaient équivalentes pour notre étude. Nous avons donc utilisé la valeur à saturation obtenue à la fin de chaque expérience.

Remarque 2 : L'homogénéité de la concentration d'oxygène dissous dans le réacteur a été vérifiée par déplacement de la sonde d'oxygène (chapitre 4, paragraphe 2).

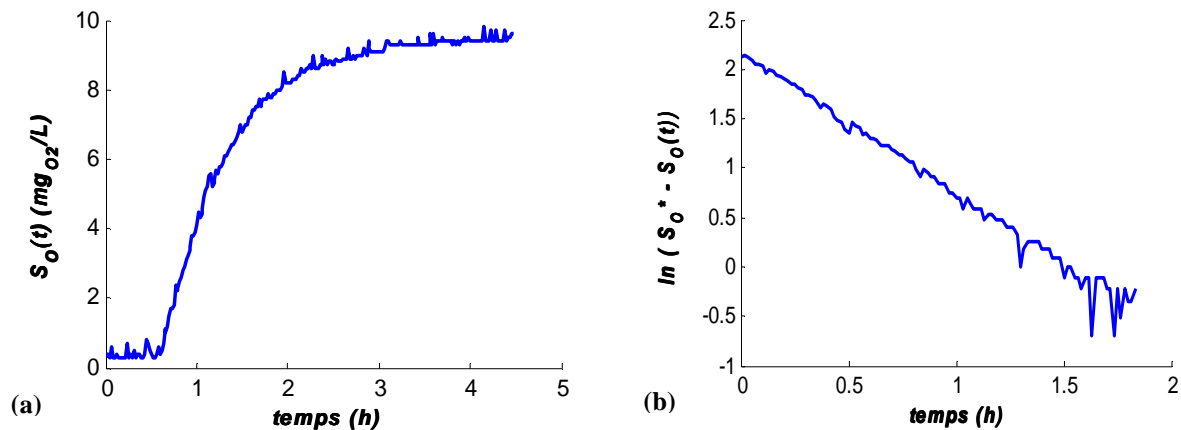


Figure 3.19 : Tracé des courbes expérimentale (a) et traitée (b) pour un pourcentage d'ouverture de vanne de 60% ($k_a = 34 \text{ j}^{-1}$ à 18°C)

2.2.3. Résultats et discussion

La variation du k_a en fonction du pourcentage d'ouverture de vanne est présentée sur la figure 3.20. Les valeurs de k_a obtenues sont de l'ordre de grandeur des valeurs rencontrées dans la littérature [Roustand, 2003]. Les points obtenus suivent une droite ce qui permet de définir une relation directe entre le pourcentage d'ouverture appliqué à la vanne et le paramètre k_a de précision satisfaisante (coefficient de régression de 0,94). L'apport en oxygène du système d'aération peut donc être modélisé par :

$$\frac{dS_O}{dt} = 0,523 \cdot (\% \text{ouverture de vanne}) \cdot (S_O^* - S_O) \quad \text{Eq. 3.6}$$

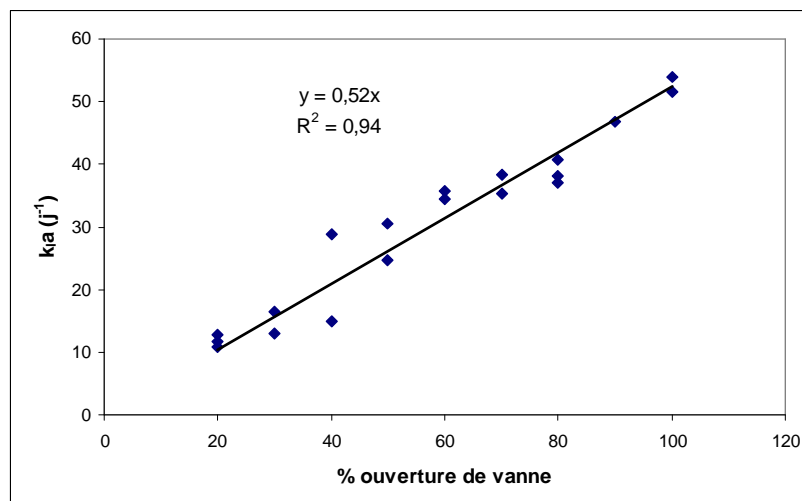


Figure 3.20 : Valeur de k_a en fonction du pourcentage d'ouverture de la vanne.

2.3. Fonctionnement du pilote

Afin de réaliser les expériences citées précédemment (DTS et détermination du k_p), le pilote a fonctionné en eau durant 3 mois (de septembre 2005 à novembre 2005). Ceci a permis de tester le fonctionnement de chaque élément du pilote et de valider la gestion des modes de fonctionnement par le superviseur. A partir de janvier 2006, nous avons réalisé l'ensemencement du pilote ; il a alors fonctionné en continu jusqu'en juillet 2006. Durant cette seconde phase, nous avons pu à la fois caractériser l'effluent industriel utilisé pour l'alimentation du réacteur et obtenir une base de données sur le fonctionnement du pilote. Nous avons également adapté certaines caractéristiques de fonctionnement pour que le pilote réponde aux objectifs initiaux.

2.3.1. Caractérisation de l'effluent papetier alimentant le pilote

Les valeurs fournies dans le tableau 3.6 ont été obtenues en analysant l'ensemble des prélèvements effectués en sortie du traitement primaire de la station industrielle pour alimenter le pilote sur la période février – juillet 2006. Ils caractérisent l'effluent d'entrée du pilote. Les valeurs entre parenthèse indiquent le nombre de mesures utilisées pour cette caractérisation. Le pH de cet effluent est relativement constant (entre 6,8 et 7,1) et la température au moment du prélèvement sur le site industriel varie entre 30 et 35 °C.

Mesure	Valeur moyenne	Ecart-type
DCO _T (mg _{O2} .L ⁻¹)	1074	237 (44*)
DCO _S (mg _{O2} .L ⁻¹)	929	245 (46)
DBO ₅ (mg _{O2} .L ⁻¹)	630	261 (36)
DBO ₂₁ (mg _{O2} .L ⁻¹)	727	356 (14)
MES (mg.L ⁻¹)	170	100 (16)
MVS (mg.L ⁻¹)	110	60 (10)
Azote ammoniacal (mg _N .L ⁻¹)	18,28	9,09 (25)
DCO _S / DCO _T	0,84	0,09
DBO ₅ / DCO _T	0,59	0,36
MVS / MES	0,58	0,21
DBO ₅ / DBO ₂₁	0,78	0,16

Tableau 3.6 : Caractéristiques de l'effluent, * nombre de mesures (Source : mesures du pilote).

Ces mesures caractérisent un effluent chargé en matière carbonée (DCO_T = 1074 mg_{O2}.L⁻¹) et contenant peu de matière azotée (concentration inférieure à 20 mg_N.L⁻¹) nécessitant donc un ajout de nutriments. L'évolution de chacune des caractéristiques (DCO_T, DCO_S, DBO₅ et MES) est représentée sur la figure 3.21. La valeur moyenne relevée par les Papeteries de Lancey sur la période étudiée (moyenne des mesures effectuées sur échantillons moyennés journaliers) est également indiquée par les traits en pointillés noirs (DCO_T = 1150 mg_{O2}.L⁻¹, DBO₅ = 550 mg_{O2}.L⁻¹ et MES = 150 mg.L⁻¹). La

correspondance entre ces valeurs moyennes fournies par l'industriel et nos valeurs quotidiennes qui oscillent autour valide nos protocoles de mesure. Par ailleurs, les variations recensées autour de la valeur moyenne, quelque soit l'analyse considérée, sont nombreuses et d'amplitude relativement forte. L'effluent dont nous disposons pour le démarrage du pilote est donc instable ce qui freine la possibilité d'établissement d'un régime permanent du fonctionnement.

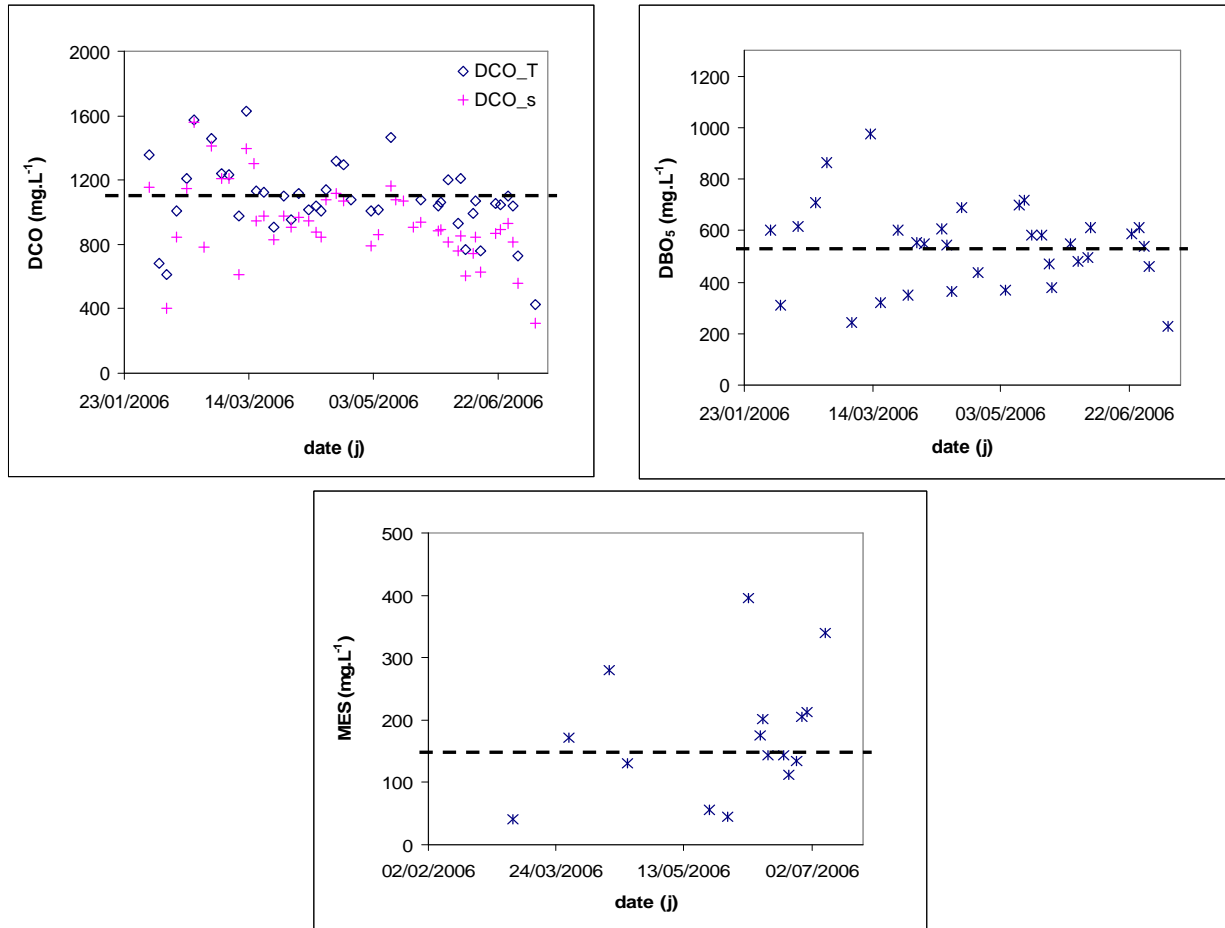


Figure 3.21 : Evolution des différentes mesures au sein de l'effluent papetier alimentant le pilote, pointillés : valeurs moyennes des Papeteries de Lancey (Source : mesures du pilote, Papeteries de Lancey).

En outre, le ratio DBO_5 / DCO_T étant élevé (0,59 comparé à 0,4 typiquement rencontré en urbain), ces matières sont majoritairement biodégradables, et de plus, rapidement biodégradables. Nous pouvons donc attendre un bon rendement de dépollution grâce au procédé à boues activées. Par ailleurs, les mesures de MES et MVS indiquent des concentrations très faibles, l'effluent étant prélevé en sortie du traitement primaire de la station industrielle. Cependant, la proportion de matières minérales est non négligeable (> 50 %) en comparaison aux valeurs habituelles obtenues sur un effluent urbain. Ces valeurs ont été confirmées par les données de la station industrielle. Enfin, la variabilité de la proportion de chaque composé de l'effluent ne permet pas de définir une décomposition stable de la DCO comme c'est le cas pour les effluents urbains [Sperandio, 1998]. Par conséquent, l'analyse de la composition de l'effluent grâce aux mesures de DCO, DBO, MES et MVS sera nécessaire à chaque prélèvement.

2.3.2. Modifications et adaptations du pilote et des conditions opératoires

Une première adaptation a été réalisée sur la gamme de fonctionnement des pompes chargées de la circulation des liquides au sein du pilote. Bien que les pompes aient été choisies pour balayer une large gamme de débits, celle-ci est apparue trop limitée pour représenter la station industrielle de référence utilisée comme exemple. L'ajout de réducteurs a donc été effectué afin d'augmenter la gamme des débits accessibles et ainsi pouvoir représenter le fonctionnement d'un plus grand nombre de stations. La commande, le délai de réception et le montage ont entraîné un retard de plusieurs semaines sur l'utilisation du pilote et ont fortement freiné la réalisation de l'étude de DTS.

Une seconde modification a concerné la vanne d'alimentation en air. Après avoir été remplacée une première fois (défaillance d'un composant électrique), nous avons constaté que son dimensionnement était insuffisant pour fournir la quantité d'air réellement nécessaire au développement de la biomasse. Ouverte à 100%, elle ne permettait pas d'assurer une concentration en oxygène dissous de $2,5 \text{ mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$, la concentration plafonnant en permanence à $0,5 \text{ mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$. L'utilisation des caractéristiques de consommation d'une biomasse urbaine pour le dimensionnement théorique de la vanne est peut être à l'origine de cet écart. En effet, une biomasse traitant un effluent industriel papetier semble avoir un comportement très différent (aspect, évolution) de celui d'une biomasse urbaine ce qui peut influencer ses besoins en oxygène. Ce phénomène est également observé aux Papeteries de Lancey où l'apport en oxygène est supérieur à l'apport théorique nécessaire. Nous avons par conséquent été obligés de raccorder directement les rampes de bullage au réseau d'air comprimé, l'ajustement de la concentration en oxygène dissous se faisant ensuite manuellement à l'aide des vannes situées sur chaque paire de rampes de bullage.

La quantité de nutriments ajoutée a également été modifiée, de l'azote ammoniacal se trouvant en trop grande quantité dans l'eau de sortie. Ce phénomène témoigne d'une activité biologique plus faible que prévue pouvant être expliquée par une température de l'effluent et de la liqueur mixte trop basse (environ 22°C), une modification de la composition de la biomasse du fait de la stabilité de l'effluent durant plusieurs jours (rechargement du pilote en effluent deux fois par semaine) ou encore une éventuelle toxicité de l'azote ammoniacal en cas de forte concentration. La différence entre les biomasses traitant un effluent papetier et celles traitant un effluent urbain peut également expliquer ces rejets élevés. En effet, ce phénomène est également observé sur la station industrielle support pour laquelle la concentration en azote ammoniacal en sortie eau claire atteint des valeurs similaires aux nôtres. Nous avons donc ramené le ratio à 200/5/1 ce qui a permis de diminuer légèrement les rejets de nutriments dans les eaux épurées. Toutefois, le résultat n'a pas été aussi efficace que prévu ce qui peut être dû à un manque d'activité biologique dans nos conditions opératoires.

2.3.3. Modifications sur le clarificateur et le circuit de recyclage

Dès le début du fonctionnement du pilote avec la biomasse, nous nous sommes rendus compte du manque d'efficacité de la boucle de recyclage. En effet, le liquide rejeté dans le réacteur était clair et ne contenait que très peu de biomasse. Cependant, excepté un aspect « collant » de la biomasse, la décantation dans le clarificateur ne présentait aucun dysfonctionnement particulier. Nous avons donc mis en cause le système de raclage des boues et son efficacité à ramener les boues vers le centre du clarificateur ainsi que le système d'aspiration des boues. Plusieurs modifications ont été réalisées afin d'améliorer ce recyclage, à savoir le retour des boues en forte concentration dans le réacteur, elles sont répertoriées dans le tableau 3.7 suivies des implications constatées sur le fonctionnement du pilote.

Objectif	Modification	Conséquence observée	Amélioration du recyclage
Attirer les boues vers le centre du clarificateur	Augmentation du débit de recyclage (cette modification a également entraîné l'augmentation du taux de recyclage, $r = 2,9$)	Aucune conséquence directe si ce n'est une légère amélioration de la concentration dans le réacteur du fait de la quantité de matière plus importante apportée par unité de temps.	NON
Modifier l'aspect « collant » des boues en freinant leur vieillissement et éliminer l'accumulation trop importante de boues dans le clarificateur (figure 3.22)	Augmentation de la fréquence du cycle de purge	Diminution de la hauteur du voile de boue Amélioration de la qualité de l'eau claire	NON
Empêcher l'accumulation des boues devant les racles (figure 3.23)	Diminution de la hauteur des racles (figure 3.24)	Accumulation moins importante mais toujours présente, pas d'augmentation de la concentration dans le recyclage	NON
Améliorer le rapprochement de la biomasse vers le centre du clarificateur - Empêcher l'accumulation des boues devant les racles	Augmentation de la vitesse de rotation du racleur (passage de 3 tr.h^{-1} à 30 tr.h^{-1})	Vitesse trop élevée, perturbe de manière importante le phénomène de décantation => Retour à une vitesse de 3 tr.h^{-1}	NON
Eviter un chemin préférentiel entre l'entrée du clarificateur et la sortie du recyclage placées face à face	Déplacement de l'entrée	Aucune amélioration, perturbation du phénomène de décantation => Retour à la position initiale	NON
Eviter un chemin préférentiel de l'eau claire vers l'aspiration des boues	Obstruction des deux orifices les plus éloignés des racles afin de privilégier ceux placés au niveau de l'accumulation des boues (figure 3.24)	Semble avoir des conséquences favorables non négligeables mais effets directs non observés car évènement de défloculation lors de la modification puis arrêt du pilote donc résultats à confirmer	OUI ?

Tableau 3.7 : Modifications effectuées sur le clarificateur pour améliorer son fonctionnement et conséquences.



Figure 3.22 : Grande quantité de boues dans le clarificateur.

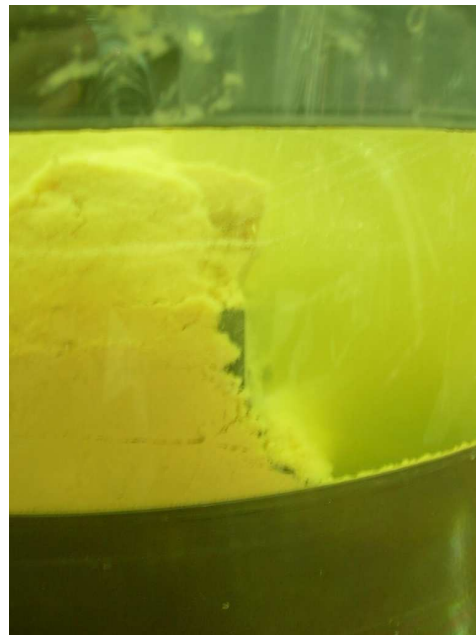


Figure 3.23 : Accumulation de boues devant les racles.

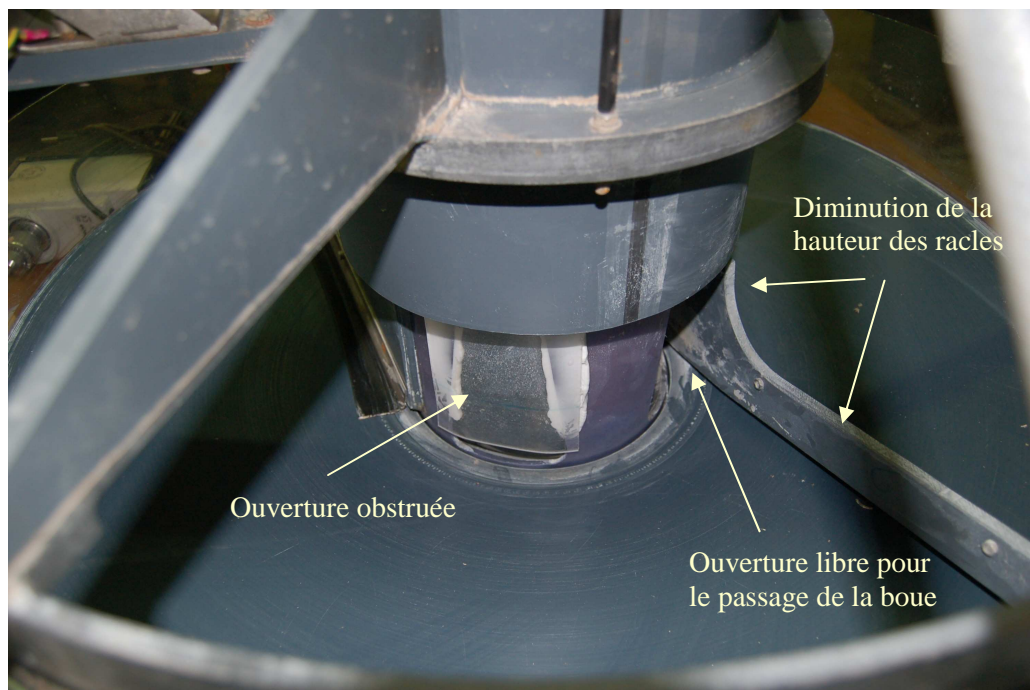


Figure 3.24 : Modifications matérielles effectuées sur le clarificateur.

Différentes solutions ont été testées sans toutefois apporter d'amélioration majeure. Plusieurs discussions ont permis de mettre en cause la géométrie même du clarificateur. Lors de la phase de conception, nous nous sommes attachés à respecter précisément la géométrie du clarificateur de stations industrielles ou urbaines. Or, dans notre cas, il semble que cette géométrie ne soit pas la plus

pertinente. En effet, le peu de hauteur d'eau ne permet pas de créer une pression suffisante pour entraîner les boues vers le centre du clarificateur sur une faible pente. Des essais doivent donc être effectués afin de vérifier l'influence de la dernière modification énoncée dans le tableau. Si aucun effet positif n'est apporté, il faudra alors penser à reprendre la géométrie du clarificateur, soit pour augmenter la hauteur d'eau, soit pour augmenter l'angle de la pente. Toutefois, la solution d'un clarificateur haut et muni d'un cône de pente 45° ne sera pas envisagée étant donné les problèmes de recyclage rencontrés sur ce type de clarificateur (passage préférentiel de l'eau à travers un lit de boues trop compact), ce qui avait en particulier motivé nos choix d'un clarificateur muni d'un fond de faible pente. Par ailleurs, la biomasse papetière semble être très collante et donc difficile à déstabiliser après décantation par rapport à de la biomasse urbaine ou papetière fraîche. L'influence de l'aspect de la biomasse pourra donc être étudié en comparant le fonctionnement du clarificateur avec de la biomasse de station urbaine (exopolymères et adhésifs moins présents) et de la biomasse de station papetière.

Ce mauvais fonctionnement du clarificateur a entraîné de nombreuses difficultés pour maintenir une concentration en biomasse suffisante dans le réacteur : la biomasse a dû être renouvelée à cinq reprises et nous avons été contraint de mettre en place un recyclage manuel ponctuel en plus d'un taux de recyclage augmenté de 140 % ($r = 2,9$ au lieu de 1,2).

2.4. Performances du pilote

Le pilote a permis l'abattement de la pollution contenue dans l'effluent d'entrée malgré les aléas rencontrés lors de son fonctionnement. La courbe 3.25 met en parallèle les mesures de DCO_5 de l'effluent d'entrée et de la sortie eau claire, le taux d'abattement de la DCO_5 est présenté sur la figure 3.26. Nous constatons que la dynamique de la mesure en sortie eau claire n'est pas identique à celle de l'effluent. Certains événements, tels que les déflocculations ou augmentations de débit d'entrée, sont remarqués sur cette courbe par une augmentation de la DCO_5 en sortie eau claire. Les périodes de fonctionnement stable du procédé sont également visibles avant chaque augmentation du débit d'entrée. Le taux d'abattement de la DCO_5 est plus bas (autour de 75 – 80 % en moyenne en fonctionnement normal) en comparaison des taux habituellement rencontrés sur ces types de procédé et en particulier sur la station industrielle (entre 90 et 95%). Ceci peut être expliqué par la difficulté que nous avons eu à maintenir une concentration en biomasse satisfaisante dans le réacteur (entre 1,5 et 2 $g.L^{-1}$ au lieu de 5 $g.L^{-1}$) mais aussi par un temps de passage plus faible étant donné le taux de recyclage supérieur à 1,2. Toutefois, pour un premier démarrage, les résultats obtenus sont satisfaisants.

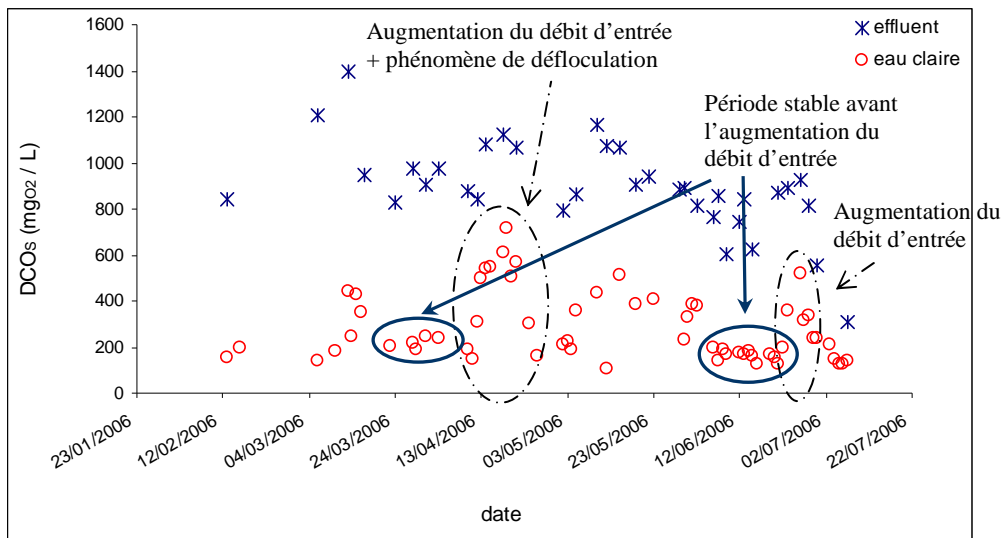


Figure 3.25 : Evolution de la DCO_5 dans l'effluent d'entrée et en sortie eau claire.

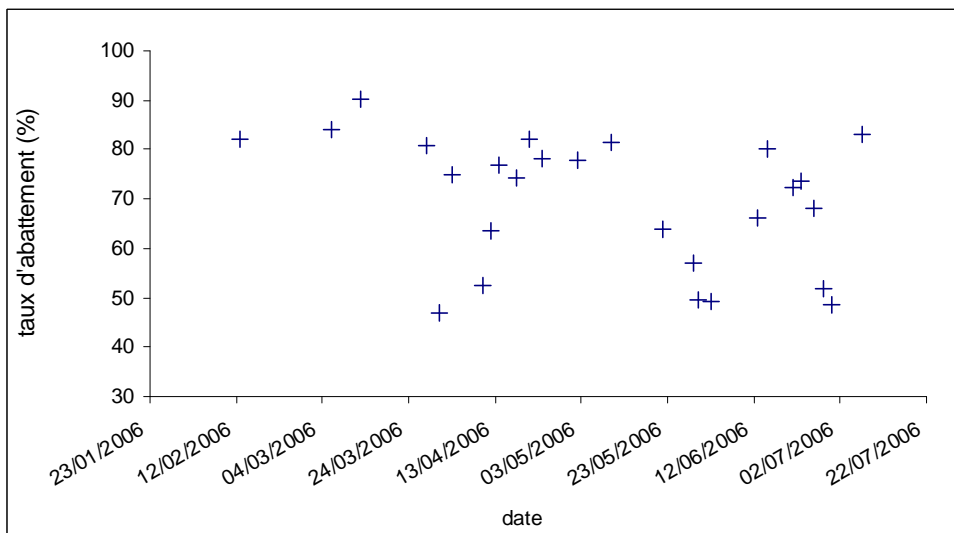


Figure 3.26 : Taux d'abattement de la DCO_5 entre l'entrée du réacteur et la sortie eau claire.

3. Conclusion

L'outil pilote conçu et développé durant le doctorat a été présenté dans ce chapitre. Devant répondre à des objectifs spécifiques (modularité, autonomie, dimensions semi-industrielles), la conception et la réalisation de chaque élément a été particulièrement soignée et longue en faisant appel aux connaissances et moyens techniques du LGP2 et du LAG. La construction du bâti et l'assemblage des différentes pièces se sont déroulées sur une quinzaine de mois, la conception de l'armoire électrique et son câblage ont duré 5 mois, deux mois ont été nécessaires à la mise en place de l'outil de supervision. La réalisation de ce pilote s'est donc étendue sur une durée de 2 ans.

Les dimensions semi-industrielles du pilote ainsi que la configuration modulable du réacteur favorisent le rapprochement avec les conditions opératoires des installations réelles. L'outil de supervision développé permet en outre un suivi des mesures en continu, la gestion de différents modes de fonctionnement et garantit également la sécurité de l'installation et du matériel.

Des études préliminaires ont permis de déterminer certaines caractéristiques de fonctionnement. Le comportement hydrodynamique du réacteur en réacteur parfaitement agité a été mis en évidence grâce à une étude de DTS. L'évolution de la valeur du paramètre $k_L a$, linéaire par rapport au pourcentage d'ouverture de la vanne, a été obtenue à l'issue d'expérimentations effectuées sur le système d'aération. Les phases de fonctionnement et stabilisation du pilote a été, par ailleurs, riche d'informations. Elle a, d'une part, favorisé l'adaptation de certains éléments du pilote pour obtenir un fonctionnement satisfaisant et opérationnel et, d'autre part, permis la caractérisation de l'effluent.

Toutefois, l'amélioration du recyclage des boues, et donc du fonctionnement du clarificateur et du système de raclage, est apparue comme un verrou à lever pour un fonctionnement optimal du pilote. La configuration initiale ne permet pas en effet un recyclage efficace des boues. Plusieurs adaptations ont été testées sans apporter d'amélioration notable. D'autres pistes sont en cours d'exploration.

Notre étude théorique portant sur le réacteur biologique, nous pouvons tout de même exploiter le pilote pour la validation du modèle, à condition de connaître les concentrations des différents composés dans la boucle de recyclage.

Nous pouvons conclure que le pilote représente par conséquent un outil propre à la mise en œuvre de tests expérimentaux diversifiés dont les résultats pourront être transposés sur site réel. L'importance du dispositif de mesure et l'exploitation de l'ensemble des ressources du superviseur permettent d'envisager de nombreuses utilisations différentes.

Chapitre 4

Validation du modèle papetier

Ce chapitre présente la validation du modèle papetier à partir de mesures effectuées sur le pilote alimenté en effluents papetiers. La première partie développe la démarche adoptée dans son ensemble. Afin d'établir une base de données la plus complète possible, nous avons cherché à optimiser le nombre de mesures en proposant d'en reconstituer certaines trop longues ou coûteuses par des mesures indirectes. A cette fin, un modèle de mesures indirectes est établi.

Nous expliquons ensuite de quelle manière nous avons choisi les conditions opératoires des campagnes de mesure afin d'obtenir une base de données la plus adéquate possible pour une identification des paramètres du modèle papetier.

Enfin, l'identification paramétrique et la validation du modèle papetier sont abordées dans les deux dernières parties.

1. Démarche de validation du modèle papetier

La validation d'un modèle doit être réalisée sur une base de données entraînant une variation significative des états du modèle. Celle-ci est généralement obtenue en appliquant des perturbations sur le procédé à partir d'un état stabilisé du procédé. Or, la constitution d'une base de données sur un procédé biologique de traitement est particulièrement délicate et longue du fait du temps important nécessaire à la stabilisation du procédé et des risques de déstabilisation lors d'introduction de perturbations. Il est aussi important d'optimiser le coût des mesures qui est autant dû au délais d'obtention qu'au nombre de mesures, d'autant plus important que les prélèvements sont effectués en plusieurs points et à intervalles réguliers.

Afin d'assurer la validation du modèle papetier et étant donné la durée des campagnes de mesures (6 mois), il est nécessaire d'évaluer au préalable la pertinence de l'information recueillie et de choisir avec précision les mesures à réaliser. A cet effet, une méthodologie est mise en oeuvre pour rendre la validation du modèle papetier la plus judicieuse possible. La figure 4.1 retrace les différentes étapes parcourues.

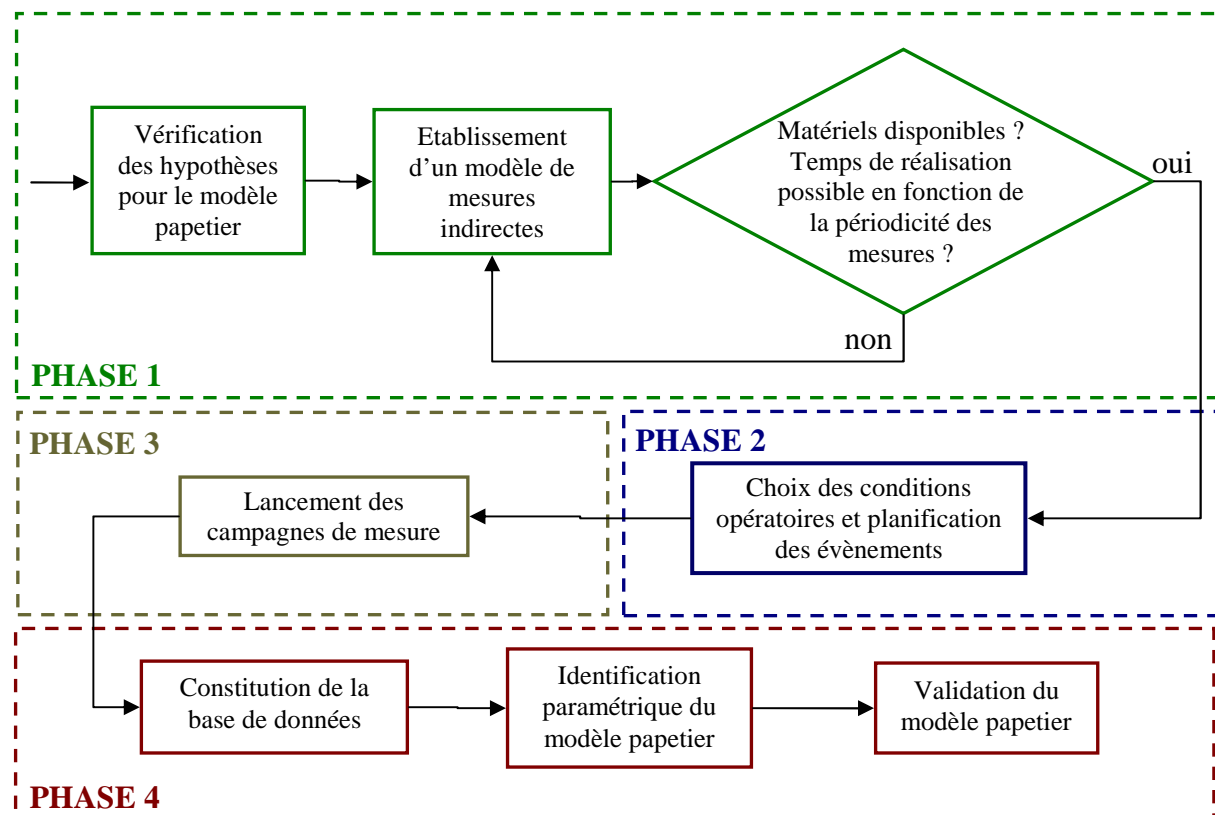


Figure 4.1 : Méthodologie suivie pour la validation du modèle papetier.

Sur la figure 4.1, on distingue quatre grandes phases :

- phase 1 : vérification des hypothèses posées lors de l'établissement du modèle papetier puis établissement d'un modèle de mesures indirectes permettant d'établir le lien entre les mesures du procédé et les variables d'état du modèle dynamique tout en minimisant le nombre de mesures à réaliser ;
- phase 2 : choix des conditions opératoires pour obtenir une base de données riche en informations et planification des événements ;
- phase 3 : réalisation des campagnes de mesures ;
- phase 4 : constitution de la base de données, identification paramétrique et validation du modèle papetier.

2. Vérification expérimentale des hypothèses pour le modèle papetier

Nous allons vérifier par l'expérimentation la validité de certaines hypothèses du modèle papetier :

- absence de biomasse dans l'effluent à traiter ;
- réacteur parfaitement agité ;
- homogénéité de la concentration en oxygène dissous dans le réacteur ;
- absence de biomasse autotrophe (pas d'activité nitrifiante dans le réacteur).

Absence de biomasse dans l'effluent à traiter

La concentration en MVS au sein de l'effluent à traiter est très faible (110 mg.L^{-1}). Elle est, de plus, constituée de différents composés tels que des matières inertes, des matières oxydables ou encore des matières organiques biodégradables particulières. Compte tenu de ces résultats, nous pouvons supposer que la concentration en biomasse est négligeable au sein de l'effluent.

Réacteur parfaitement agité

Cette hypothèse a été validée expérimentalement par la mesure de DTS dans le réacteur (chapitre 3, 2.1). Elle est confortée par l'isoconcentration en oxygène au sein du réacteur.

Homogénéité de la concentration en oxygène dissous dans le réacteur

Le réacteur est supposé se trouver en état aérobie de façon homogène. L'apport en oxygène doit donc être réparti de manière similaire dans le réacteur et l'information apportée par la sonde doit être représentative de la concentration en chaque point du réacteur. Pour vérifier cette hypothèse, nous avons mené une série de mesures de la concentration en oxygène dissous sur différents jours de fonctionnement nominal, le pilote fonctionnant avec effluent papetier. Un exemple des résultats obtenus est présenté sur la figure 4.2.

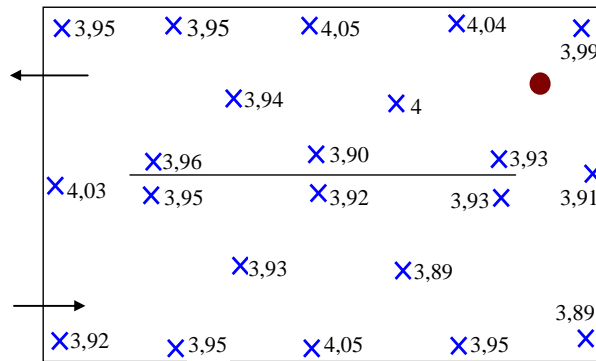


Figure 4.2 : Cartographie de la concentration en oxygène dissous (exprimé en $\text{mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$) au sein du réacteur sur un plan horizontal (croix : emplacement des mesures, point : emplacement de la sonde en ligne).

La différence de concentration entre les points de mesure est de l'ordre de 3 %, ce qui est de l'ordre de grandeur de l'erreur de mesure de la sonde. Les mêmes résultats ont été obtenus en faisant une cartographie verticale sur trois hauteurs différentes. Par conséquent, ayant balayé l'ensemble du réacteur, nous considérerons que la concentration en oxygène dissous est uniforme et que la mesure retournée par la sonde en ligne est représentative de l'ensemble du réacteur.

Absence de biomasse autotrophe dans le réacteur biologique

Seule la biomasse autotrophe est capable de transformer l'azote ammoniacal présent (si sa concentration est supérieure à la concentration nécessaire à l'anabolisme des bactéries) en nitrates – nitrites en environnement aérobie. Le tableau 4.1 présente les concentrations en nitrites et nitrates obtenues sur quatre échantillons de l'effluent brut et de la sortie du réacteur (respectivement les points de prélèvement ① et ②, chapitre 3, paragraphe 1.5). Les valeurs entre parenthèse présentent le taux d'abattement de la concentration considérée entre l'effluent et la sortie du réacteur. Le temps de passage dans le réacteur a été pris en compte pour les instants de prélèvement des échantillons. La diminution sensible des concentrations en nitrites et en nitrates observée entre l'entrée et la sortie du réacteur biologique nous permet de conclure qu'il n'y a pas de biomasse autotrophe. En effet, la présence de biomasse autotrophe en aérobie aurait entraîné une augmentation des concentrations en nitrites et nitrates. La diminution observée peut-être due à une réaction de dénitrification en conditions anoxiques passagères. Bien que la concentration en oxygène dissous soit homogène dans le réacteur, le réglage manuel de l'apport en oxygène a pu entraîner certains passages en condition anoxique.

		Echantillon 1	Echantillon 2	Echantillon 3	Echantillon 4
Effluent brut - point ① -	[Nitrites]	4,2	1	3,8	0,9
	[Nitrates]	0,333	0,216	0,142	0,16
Sortie réacteur - point ② -	[Nitrites]	0,8 (80%)	0,7 (30%)	0,8 (79%)	0,7 (22%)
	[Nitrates]	0,191 (42%)	0,195 (10%)	0,135 (5%)	0,073 (54%)

Tableau 4.1 : Concentrations ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$) de nitrates/nitrites sur effluent brut et sortie réacteur, (%) taux d'abattement.

3. Proposition d'un modèle de mesures indirectes

Ce modèle permet de reconstituer les variables d'états du modèle papetier à partir des grandeurs mesurées.

3.1. Lien entre mesures et variables d'état des composés organiques (X_{S_s} , X_{BH})

Le modèle papetier contient quatre variables d'état : X_{S_s} , X_{BH} , S_{NH} et S_O . Les deux dernières sont mesurées de manière directe : leur valeur est égale au résultat de mesure (en ligne ou hors ligne). En revanche, l'obtention d'une valeur pour les deux premières variables d'état X_{S_s} et X_{BH} est reconstituée à partir de combinaisons de mesures globales.

Les mesures généralement rencontrées sur les procédés de traitement des eaux sont la DCO_s, la DCO_T, la DBO₅, la DBO₂₁, les MES et les MVS, comme présenté au chapitre 1, paragraphe 1.1.

Le tableau 4.2 indique les variables d'état prises en compte par chacune des mesures (cases grisées). Les deux premières variables d'état sont les variables d'état du modèle papetier, les trois dernières sont des variables d'état associées au modèle ASM1. Les variables du modèle ASM1 non représentées dans ce tableau (X_{BA} , S_{NO} , S_{ND} et X_{ND}) sont liées au traitement de l'azote, phénomène absent du procédé papetier étudié. De ce fait, nous considérons que les mesures réalisées dans le cadre de notre étude ne contiennent pas ces composés.

	Variables d'état du modèle papetier		Autres variables d'état du modèle ASM1			Autres composés
	X_{S_s} (mg _{O2} .L ⁻¹)	X_{BH} (mg _{O2} .L ⁻¹)	S_I (mg _{O2} .L ⁻¹)	X_I (mg _{O2} .L ⁻¹)	X_P (mg _{O2} .L ⁻¹)	matières minérales
DCO _s (mg _{O2} .L ⁻¹)						
DCO _T (mg _{O2} .L ⁻¹)						
DBO ₅ (mg _{O2} .L ⁻¹)	S_s uniquement					
DBO ₂₁ (mg _{O2} .L ⁻¹)						
MES (mg.L ⁻¹)						
MVS (mg.L ⁻¹)						

Tableau 4.2 : Lien entre mesures et variables d'état organiques.

Nous constatons que la valeur de X_{S_s} est directement fournie par la mesure de DBO₂₁. En ce qui concerne la variable d'état X_{BH} , il est impossible de la distinguer des autres composés particuliers X_I et X_P avec les mesures disponibles. Les variables d'état X_I et X_P sont donc considérées dans un premier temps comme quantitativement négligeables par rapport à X_{BH} , ce qui a été vérifié pour X_I étant donné

la faible concentration en composés particuliers dans l'effluent à traiter (chapitre 3, paragraphe 2.3.1). La mesure de MVS est alors choisie pour déterminer X_{BH} . En outre, étant donné la définition de la variable d'état X_{BH} en $\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$ dans le modèle ASM1, le résultat de la mesure de MVS doit être convertie en $\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$. La valeur théorique du facteur de conversion d'unité (formule cellulaire de la biomasse : $\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2\text{N}$) est de $1,42 \text{ g}_{\text{O}_2} / \text{g}_{\text{matière organique sèche}}$ [Irvine et Bryers, 1985].

A partir de ces relations, les états du modèle papetier ainsi que ses variables d'entrée (effluent et boucle de recyclage) pourraient être déduits directement des mesures des composés :

$$\left\{ \begin{array}{ll} X_{S_5} = \text{DBO}_{21} & (\text{mg}_{\text{O}_2} / \text{L}) \\ X_{BH} = \text{MVS (converti en équivalent O}_2) & (\text{mg}_{\text{O}_2} / \text{L}) \end{array} \right. \quad \text{Eq. 4.1}$$

Toutefois, les mesures utilisées nécessitent des délais d'obtention du résultat très longs (plusieurs jours) et du matériel de laboratoire (bouteille Oxytop, four à moufle), disponible dans notre cas en quantité limitée. Ceci est incompatible avec la constitution d'une base de données dynamique nécessitant une périodicité de 4 h sur 4 points de prélèvements.

Etant donné la difficulté d'obtenir du matériel de mesures supplémentaires, comme c'est le cas dans le cadre industriel, nous allons chercher à connaître X_{S_5} :

- par la DBO_5 , ce qui suppose une proportion de X_{S_5} constante dans la DBO_{21} ;
- puis par la DCO_5 à partir de la DBO_5 , ce qui suppose une proportion de S_7 constante dans la DCO_5 .

Plusieurs solutions vont donc être évaluées, nous retiendrons la plus rapide. De même, nous allons chercher à déterminer X_{BH} par la mesure de MES ce qui suppose une proportion en matières minérales constante dans les MES. Enfin, le coefficient de transfert entre la MVS et la DCO_P sera évalué.

3.2. Optimisation des mesures

3.2.1. Détermination de fonctions de corrélation

Quatre corrélations ont été testées [Bassompierre *et al.*, 2006c] :

- DBO_{21} vs. DBO_5 pour obtenir une approximation de la concentration de la matière organique biodégradable en 5 jours au lieu de 21 ;
- DBO_5 vs. DCO_5 pour éviter une mesure de DBO longue ;
- MVS vs. MES pour obtenir une approximation de la concentration en biomasse en 3 jours au lieu de 6 (durées correspondant au matériel de laboratoire disponible pour notre étude) ;
- DCO_P vs. MVS pour obtenir le coefficient de transfert entre les unités $\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$ et $\text{mg}_{\text{biomasse}} \cdot \text{L}^{-1}$. La DCO_P est donnée par la différence entre la DCO_T et la DCO_S .

Ces corrélations ont été établies à partir de la base de données complète du pilote, obtenue de février 2006 à juillet 2006 grâce au niveau de prélèvement N1 (chapitre 3, paragraphe 1.5). Le pilote ayant fonctionné dans des conditions opératoires variées, les gammes parcourues par chacune des mesures sont étendues ce qui apporte de la pertinence aux corrélations obtenues.

Corrélation DBO_{21} vs. DBO_5

Les points de prélèvements ①, ② et ③ ont été analysés. La figure 4.3 présente les courbes de corrélation entre les mesures de DBO_5 et de DBO_{21} pour l'effluent et la sortie réacteur. Une bonne concordance entre les mesures de DBO_5 et DBO_{21} est visible que ce soit dans le cas de l'effluent (courbe de gauche) ou de la sortie réacteur (courbe de droite). Il en est de même pour le point de prélèvement ③.

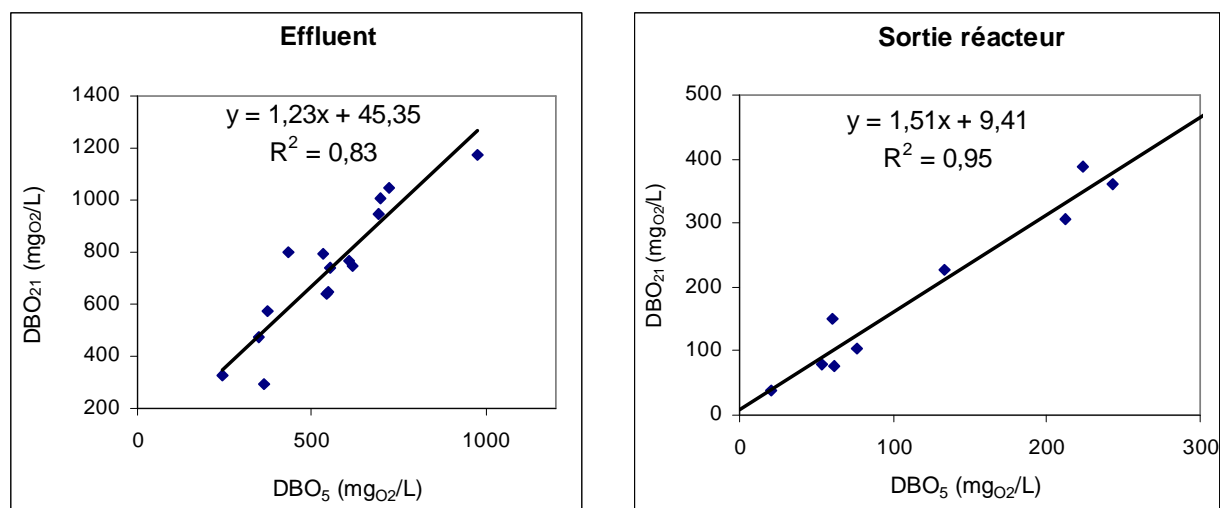


Figure 4.3 : Corrélation DBO_{21} vs. DBO_5 – effluent (point ①) et sortie réacteur (point ②).

Une relation linéaire entre les mesures de DBO_{21} et de DBO_5 peut donc être proposée pour ces points de prélèvements :

① Effluent	:	$DBO_{21} = 1,23 \times DBO_5 + 45,3$	Eq. 4.2
② Sortie réacteur	:	$DBO_{21} = 1,51 \times DBO_5 + 9,4$	Eq. 4.3
③ Boucle de recyclage	:	$DBO_{21} = 1,49 \times DBO_5 + 21,6$	Eq. 4.4

A partir de ces équations, nous pouvons évaluer la quantité de matière lentement biodégradable (X_S) dans la mesure de DBO_{21} en combinant l'équation 4.5 présentée ci-dessous aux équations 4.2 à 4.4.

$$DBO_5 = DBO_{21} - X_S \quad \text{Eq. 4.5}$$

Nous constatons alors que les composés organiques mesurés par la DBO_{21} sont constitués de plus de 18 % de matière organique lentement biodégradable. En sortie eau claire, cette proportion

dépasse les 41 %, du fait de l'assimilation par les bactéries des composés organiques rapidement biodégradable (S_3). De plus, le faible temps de passage dans le réacteur (4,9 h) ne permet pas à la matière organique lentement biodégradable d'être entièrement hydrolysée. Viennent s'ajouter également les composés organiques lentement biodégradables provenant de la mort cellulaire.

Corrélation DBO_5 vs. DCO_5

La différence entre ces deux mesures représente la concentration des matières organiques inertes (S_I) et la concentration des matières lentement biodégradables. Comme précédemment, les points de prélèvement ①, ② et ③ ont été analysés. Les résultats obtenus ne sont pas assez satisfaisants pour établir des corrélations pertinentes. Des fluctuations de la qualité de l'effluent papetier étudié liées à des changements de production peuvent être à l'origine de ce constat. En effet, la proportion de matières inertes semble être très fluctuante au sein de l'effluent.

Corrélation MVS vs. MES

La biomasse étant absente dans l'effluent et en sortie eau épurée, cette corrélation a été étudiée uniquement sur la sortie du réacteur et la boucle de recyclage (points de prélèvement ② et ③). Le tracé des courbes de corrélation entre les mesures de MES et MVS pour ces deux points étant semblables, une corrélation unique a été proposée (figure 4.4):

$$MVS = 0,49 \times MES \quad \text{Eq. 4.6}$$

Par conséquent, les MVS représentent 49% des MES, la partie complémentaire (51%) correspondant aux matières minérales. La proportion de matières minérales est ici très importante. Ces résultats ont été confirmés par les données de la station industrielle pour laquelle cette proportion atteint une valeur similaire durant les 6 mois de fonctionnement du pilote.

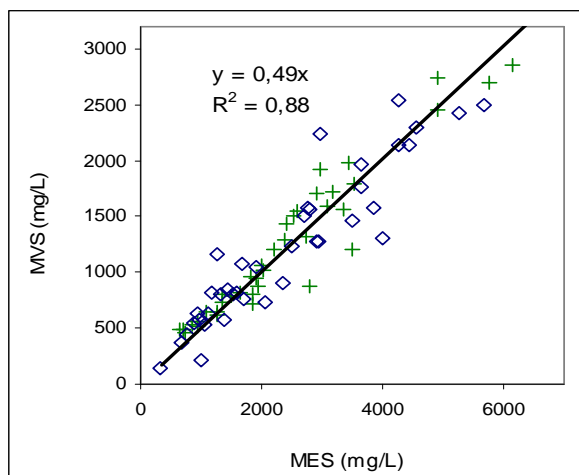


Figure 4.4 : Corrélation MVS vs. MES
croix : sortie réacteur (point ②), losange : boucle de recyclage (point ③).

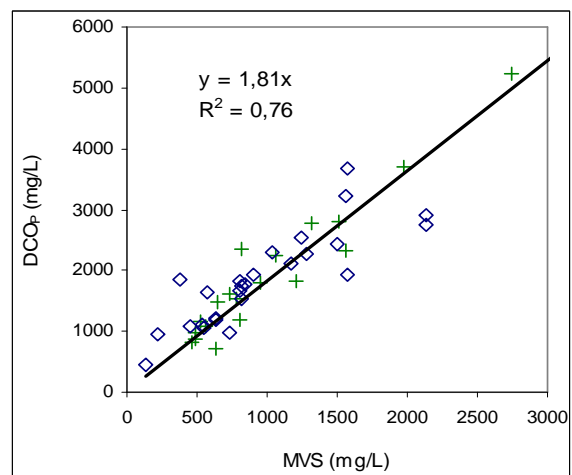


Figure 4.5 : Corrélation DCO_p vs. MVS
croix : sortie réacteur (point ②), losange : boucle de recyclage (point ③).

Détermination du coefficient de transfert entre DCO_P et MVS

Comme dans le cas précédent, nous ne nous sommes intéressés ici qu'aux points de prélèvement ② et ③. Outre le fait de diminuer la durée d'obtention du résultat, cette corrélation était indispensable pour le modèle papetier. En effet, la concentration en biomasse hétérotrophe (variable d'état X_{BH} déterminée par la mesure des MVS) est exprimée en $mg_{O_2} \cdot L^{-1}$, ce qui correspond à la mesure de DCO_P . Il était donc impératif de connaître le coefficient reliant ces deux mesures. Les résultats obtenus (figure 4.5) permettent d'obtenir une corrélation correcte entre ces deux mesures :

$$DCO_P = 1,81 \times MVS \quad \text{Eq. 4.7}$$

La valeur obtenue dans notre étude est supérieure à la valeur théorique de $1,42 \text{ g}_{O_2} / \text{g}_{\text{matière organique sèche}}$ et aux autres valeurs obtenues dans la littérature [Contreras *et al.*, 2002]. Ce phénomène peut être expliqué par la nature de la biomasse étudiée qui est spécifique à un effluent papetier, les résultats de la littérature caractérisant quant à eux des bactéries provenant de cultures pures ou encore de l'industrie de la pomme de terre.

3.2.2. Equivalence des mesures de l'azote sur le clarificateur

Nous souhaitons à présent vérifier l'équivalence des mesures de l'azote prises aux points d'entrée et sortie du clarificateur afin de minimiser le nombre de mesures à effectuer. Outre le fait de valider une partie de la modélisation du clarificateur, ceci doit permettre de s'affranchir des mesures d'azote ammoniacal en sortie eau claire et sur la boucle de recyclage. Ces données ont été obtenues à partir d'une dizaine d'échantillons prélevés en sortie du réacteur (point ②), boucle de recyclage (point ③) et sortie eau claire (point ④) à différents instants pour différentes conditions expérimentales. La figure 4.6 présente l'équivalence des points de prélèvements ② et ③ (courbe de gauche) et ② et ④ (courbe de droite).

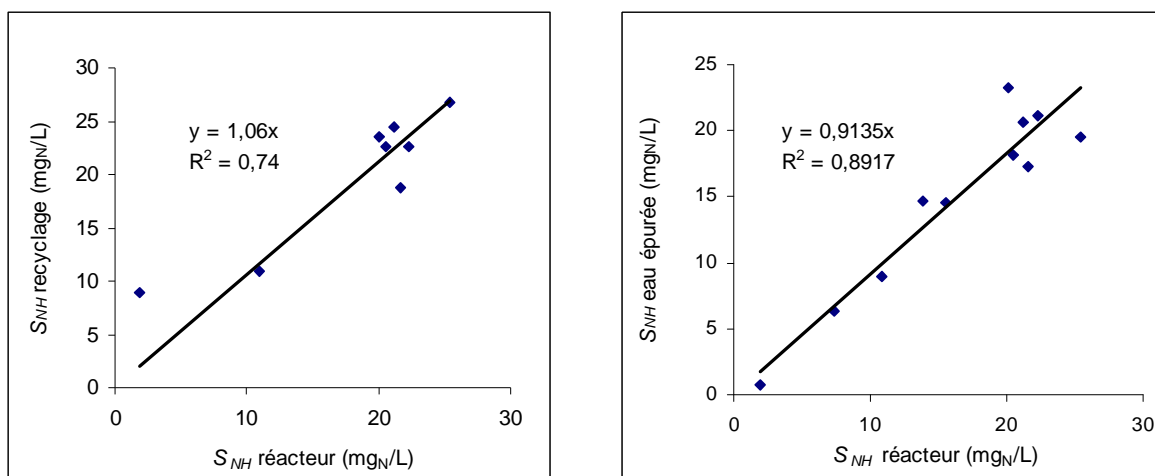


Figure 4.6 : Equivalence sur S_{NH} entre les point de prélèvements ② et ③ puis ② et ④.

Les courbes obtenues indiquent une très bonne concordance entre les différents points de prélèvement malgré une légère imprécision qui peut être due aux caractéristiques de séparation du clarificateur. Ce résultat aboutit aux relations suivantes :

$$S_{NH_recyclage} = 1,06 \times S_{NH_réacteur} \quad (R^2 = 0,74) \quad \text{Eq. 4.8}$$

$$S_{NH_eau\ claire} = 0,91 \times S_{NH_réacteur} \quad (R^2 = 0,89) \quad \text{Eq. 4.9}$$

Une étude similaire a été réalisée pour la mesure de DCO_S pour laquelle les relations obtenues sont :

$$DCO_{S_recyclage} = 1,01 \times DCO_{S_réacteur} \quad \text{Eq. 4.10}$$

$$DCO_{S_eau\ claire} = 1,04 \times DCO_{S_réacteur} \quad \text{Eq. 4.11}$$

L'obtention de relations linéaires et proches de 1 valide le bon fonctionnement du clarificateur vis-à-vis des composés solubles. Comme dans le cas idéal du clarificateur parfait, la concentration de ces composés est identique quel que soit le point de prélèvement considéré. Le clarificateur se comporte donc comme un simple diviseur de flux sans être le lieu de réactions biologiques.

3.2.3. Mesure de l'oxygène dissous

Les concentrations en oxygène dissous dans l'effluent brut (point ①) et dans la boucle de recyclage (point ③) sont difficiles à mesurer du fait de l'absence de sonde en ligne. Nous avons donc supposé que ces concentrations étaient invariantes quelles que soient les conditions opératoires. Quatre mesures effectuées dans des conditions opératoires différentes permettent de valider cette hypothèse. Les concentrations moyennes obtenues sont :

$$S_{O_effluent} = 0,1 \text{ mg}_{O_2} \cdot L^{-1} \pm 0,02 \text{ mg}_{O_2} \cdot L^{-1} \quad \text{et} \quad S_{O_recyclage} = 0,2 \text{ mg}_{O_2} \cdot L^{-1} \pm 0,02 \text{ mg}_{O_2} \cdot L^{-1}$$

3.3. Le modèle de mesures indirectes

Le modèle de mesures indirectes qui sera utilisé est le suivant :

Z (sortie réacteur) :	$XS_S = 1,51 \times \text{DBO}_5 + 9,4$	(mg _{O2} / L)
	$X_{BH} = 1,81 \times (0,49 \times \text{MES})$	(mg _{O2} / L)
	$S_{NH} = \text{mesure directe}$ (manuelle ou sonde en ligne)	(mg _N / L)
	$S_O = \text{mesure en ligne}$	(mg _{O2} / L)
Z ₀ (effluent) :	$XS_{S_0} = 1,25 \times \text{DBO}_{5_0} + 45,3$	(mg _{O2} / L)
	$X_{BH_0} = 0$	(mg _{O2} / L)
	$S_{NH_0} = \text{mesure hors ligne}$	(mg _N / L)
	$S_{O_0} = 0,1$	(mg _{O2} / L)
Z _R (recyclage) :	$XS_{S_r} = 1,49 \times \text{DBO}_{5_r} + 21,6$	(mg _{O2} / L)
	$X_{BH_r} = 1,81 \times (0,49 \times \text{MES})$	(mg _{O2} / L)
	$S_{NH_r} = 1,06 \times S_{NH}$	(mg _N / L)
	$S_{O_r} = 0,2$	(mg _{O2} / L)

4. Constitution de la base de données pour la validation du modèle papetier

4.1. Choix des évènements

4.1.1. Evènements réalisables sur le pilote

Puisque nous disposons d'un pilote, un « évènement », ou perturbation, peut être créé volontairement sous forme d'échelon ce qui facilite la tâche d'identification paramétrique ultérieure. Avant chaque perturbation le fonctionnement du pilote est stabilisé. Une modification des conditions opératoires, (échelon de perturbation), est alors effectuée afin de faire évoluer dynamiquement le procédé vers un nouvel état d'équilibre.

L'ensemble des perturbations réalisables est répertorié dans le tableau 4.3. Elles interviennent sur chacune des entrées du procédé (débits d'entrée et de recyclage) ainsi que sur les conditions opératoires (ajouts de nutriments, aération). La variation de concentration de l'effluent par dilution, bien que peu précise, est aussi possible.

Type de perturbation	Actionneur	Valeur nominale calculée (chp3, § 1.3.7)	Gamme de variation possible
Variation du débit d'entrée	Pompe d'alimentation	12,7 L.h ⁻¹	10 – 62,5 L.h ⁻¹
Variation du débit de recyclage	Pompe de recyclage	15,3 L.h ⁻¹	25 – 250 L.h ⁻¹
Variation de la concentration en nutriment	Pompe doseuse nutriment	10 mL.h ⁻¹	0 – 50 mL.h ⁻¹
Variation de l'apport en oxygène	Vanne proportionnelle	29,8 NL.h ⁻¹	2 – 100 NL.h ⁻¹
Variation de la concentration de l'effluent entrant	Ajout d'eau dans le bassin tampon (non précis)	Environ 1000 mg _{O2} . L ⁻¹	Difficile à évaluer

Tableau 4.3 : Perturbations réalisables sur le pilote.

Le choix des évènements à réaliser pour l'identification puis la validation du modèle réduit a été limité par une contrainte principale : ne pas entraîner la mort de la biomasse du fait du changement des conditions opératoires à chaque campagne. En effet, le temps de stabilisation du pilote étant d'au minimum 2 semaines, il n'était pas envisageable de rajouter ce délai avant le démarrage de chaque campagne. Nous avons donc choisi de créer une perturbation sur le débit d'entrée de l'effluent qui peut correspondre par exemple à un arrêt technique pour maintenance sur la chaîne de production du papier et qui est l'évènement le plus simple à réaliser. L'amplitude de l'échelon a été fixée à 100% afin d'être sûr d'obtenir une modification de l'état du procédé dont l'amplitude soit suffisante pour l'identification paramétrique.

4.1.2. Simulation d'un échelon de débit d'entrée

Nous avons cherché à avoir une idée préalable de l'influence de la perturbation sur l'état du procédé. Pour cela, nous avons simulé l'évolution de l'état du procédé obtenu à l'aide du modèle papetier en utilisant le point nominal de la base de données papetières (chapitre 2, paragraphe 4.3.1).

Une perturbation sur le débit d'entrée sous forme d'un échelon correspondant à 100% du débit initial a été appliquée au modèle biologique papetier. Cette perturbation induit une charge volumique double alors que le temps de passage fictif est divisé par 2 ce qui doit entraîner des difficultés de traitement. De plus, le taux de recyclage est également divisé par 2 d'où une diminution prévisible de la concentration en biomasse dans le réacteur.

La figure 4.7 représente l'évolution des variables d'état en sortie du réacteur. Le vecteur de recyclage, entrée indépendante, a été reconstitué préalablement grâce au modèle de référence (annexe G) auquel a été appliqué la perturbation à partir du point nominal papetier. Les valeurs des paramètres du modèle papetier sont celles pré-identifiées au point nominal papetier (chapitre 2, paragraphe 4.3.1).

Un échelon haut est réalisé sur l'entrée Q_0 puis supprimé. L'échelon haut entraîne une très forte augmentation de X_{S_s} (augmentation de la charge volumique), une diminution de X_{BH} (diminution du taux de recyclage, lessivage), ce qui conduit à une légère augmentation de S_{NH} (l'azote ammoniacal apporté par l'effluent n'est pas entièrement consommé). La diminution de S_O suggère une augmentation de la consommation des bactéries due à l'augmentation de la charge volumique. La concentration en oxygène dissous devenant limitante, il sera nécessaire de surveiller cette concentration au cours de l'expérimentation. Le comportement observé lors de la suppression de l'échelon sur Q_0 est symétrique au comportement précédent.

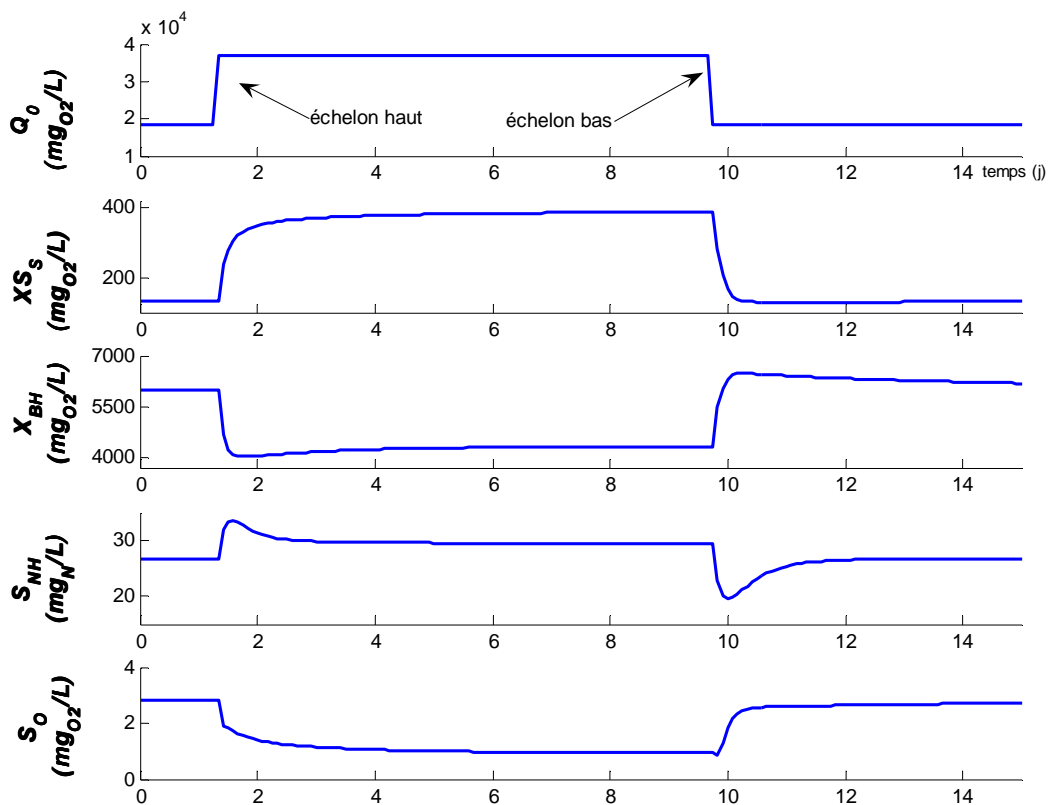


Figure 4.7 : Simulation de l'influence sur les états de la perturbation sur le débit d'entrée.

Afin de définir une stratégie d'identification des paramètres du modèle, une étude des fonctions de sensibilité sur le point nominal a été réalisée pour cet événement. Le tableau 4.4 présente les sensibilités des variables d'état par rapport aux paramètres (variation de 50 à 150% de leur valeur nominale). Trois classes de sensibilité ont été définies : plus la sensibilité est forte, plus la couleur est sombre. Les paramètres induisant une influence forte sur les variables d'état sont donc Y_H , f_P , i_{XB} et b_H tandis que μ_H , K_{NH} , K_{OH} et K_{XS} ont une influence faible. Nous constatons également que f_P sera identifiable par X_{S_s} , i_{XB} par S_{NH} , b_H par X_{S_s} et X_{BH} . Y_H est un paramètre auquel les états sont très sensibles, il devra donc être identifié en priorité, la mesure de S_O permettant en outre de l'identifier indépendamment des autres paramètres.

	Y_H	f_P	i_{XB}	μ_h	b_H	K_{NH}	K_{OH}	K_{XS}
S_{XSs}								
S_{Xbh}								
S_{Snh}								
S_{So}								

Tableau 4.4 : Sensibilité des variables d'état par rapport aux paramètres.

Légende :

	$ \text{sensibilité} < 10$
	$10 \leq \text{sensibilité} < 100$
	$100 \leq \text{sensibilité} $

La figure 4.8 présente l'évolution dynamique des fonctions de sensibilité au cours de l'évènement de perturbation, deux allures types sont obtenues. Sur la courbe du haut, nous notons une bonne sensibilité globale et des pics sont observés aux instants d'application des échelons. La précision du résultat d'identification paramétrique sera donc plus élevée à ces instants. C'est le cas des paramètres Y_H , f_P , i_{XB} et b_H . Sur la courbe du bas, la sensibilité de X_{BH} est quasi-nulle pendant l'échelon de débit d'entrée. Le paramètre μ_H ne sera donc pas identifiable par cette perturbation. Ce résultat est aussi valable pour les constantes de demi-saturation. Ceci complète donc l'information apportée par le tableau 4.4, à savoir une forte influence des paramètres Y_H , f_P , i_{XB} et b_H et une faible influence des paramètres μ_H , K_{NH} , K_{OH} et K_{XS} .

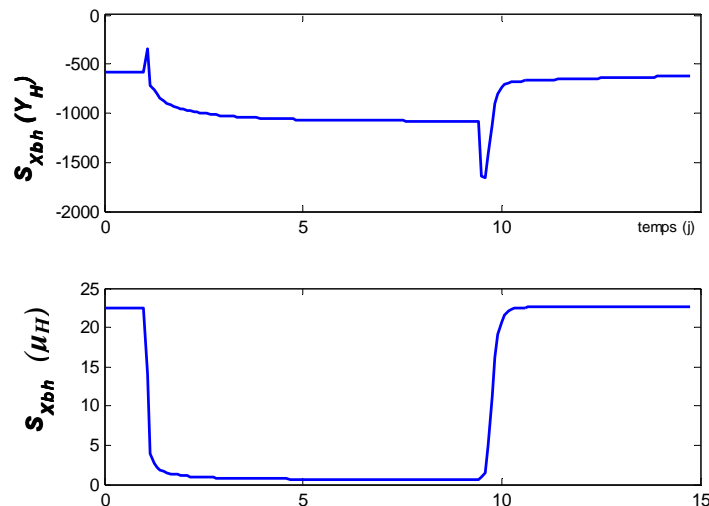


Figure 4.8 : Allures des fonctions de sensibilité.

En conclusion, nous proposons l'ordre d'identification suivant : le paramètre Y_H dans un premier temps, puis les paramètres f_P , i_{XB} et b_H , et enfin les paramètres μ_H , K_{OH} , K_{NH} et K_{XS} .

Ces résultats montrent que l'information apportée par cet évènement est suffisamment pertinente pour l'identification des principaux paramètres du modèle.

4.2. Constitution d'une base de données

Première campagne du 10 avril 2006 au 18 avril 2006

La première campagne de mesures a duré huit jours. Les fréquences de prélèvement des échantillons correspondent au niveau N3 de suivi (chapitre 3, paragraphe 1.5). La base de données résultante est présentée sur la figure 4.8. Les jeux de variables d'entrée pour chacune des entrées du modèle papetier, effluent et boucle de recyclage, ont été construits grâce au modèle de mesures indirectes (paragraphe 3.3). Les croix représentent les points de mesures, les cercles représentent les points obtenus par le modèle de mesures indirectes.

Les caractéristiques de l'effluent dans le réservoir sont supposées constantes entre chaque rechargement d'où les variations par palier visibles pour $X_{S_{S_0}}$ et S_{NH_0} . Les variables d'entrée X_{BH_0} et S_{O_0} sont définies par le modèle de mesures indirectes. Q_0 est mesuré en ligne via le superviseur.

L'ensemble des points de la sortie du réacteur est obtenu grâce au modèle de mesures indirectes : X_{S_S} par la mesure de DBO_5 , X_{BH} par la mesure de MES, S_{NH} par mesure directe sur échantillon et S_O par une sonde en ligne. En outre, les valeurs de biomasse obtenues par mesures des MES d'un échantillon prélevé automatiquement ont été réajustées selon la méthode proposée au chapitre 3, paragraphe 1.5 puis lissées. On peut remarquer :

- le nombre de points de mesure de X_{S_S} est limité par le coût du matériel nécessaire. De ce fait, seule une mesure par jour ouvrable a été possible ce qui ne permet pas de rendre compte de la dynamique de cette variable d'état ;
- une dégradation de la concentration en biomasse X_{BH} est visible sur la courbe les quatre premiers jours. Une diminution importante de cette concentration est prévue par la simulation mais elle doit se stabiliser rapidement tandis que dans le cas expérimental cette diminution se prolonge. Il semble que le fonctionnement du clarificateur soit en cause. Pour éviter une perte trop importante de biomasse, un ajout manuel de biomasse du clarificateur dans le réacteur a été effectué au quatrième jour. Mais ceci n'a pas permis de stabiliser la biomasse à un niveau suffisant ;
- le sens de variation de la variable d'état S_{NH} est conforme à celui obtenu en simulation ;
- une forte diminution de la concentration en oxygène dissous est notée les trois premiers jours de la campagne, ce qui était prévu par la simulation. Afin d'éviter la perte de la biomasse du fait du passage en mode anoxie, nous avons augmenté l'ouverture des vannes manuelles afin d'apporter une quantité plus importante d'air.

En ce qui concerne le recyclage, les variables $X_{S_{S_r}}$ et X_{BH_r} sont obtenues par le modèle de mesures indirectes. La variable S_{NH_r} est déterminée grâce à la corrélation proposée avec la variable d'état S_{NH} . S_{O_r} est défini par le modèle de mesures indirectes et Q_r est mesuré en ligne via le superviseur. L'ordre de grandeur de $X_{S_{S_r}}$ est similaire à celui de X_{S_S} . La variable X_{BH_r} reste faible par rapport à X_{BH} montrant ainsi les difficultés de fonctionnement du clarificateur (chapitre 3, paragraphe 2.3.3). De plus, la forte montée visible au quatrième jour peut être expliquée par le réensemencement du réacteur biologique.

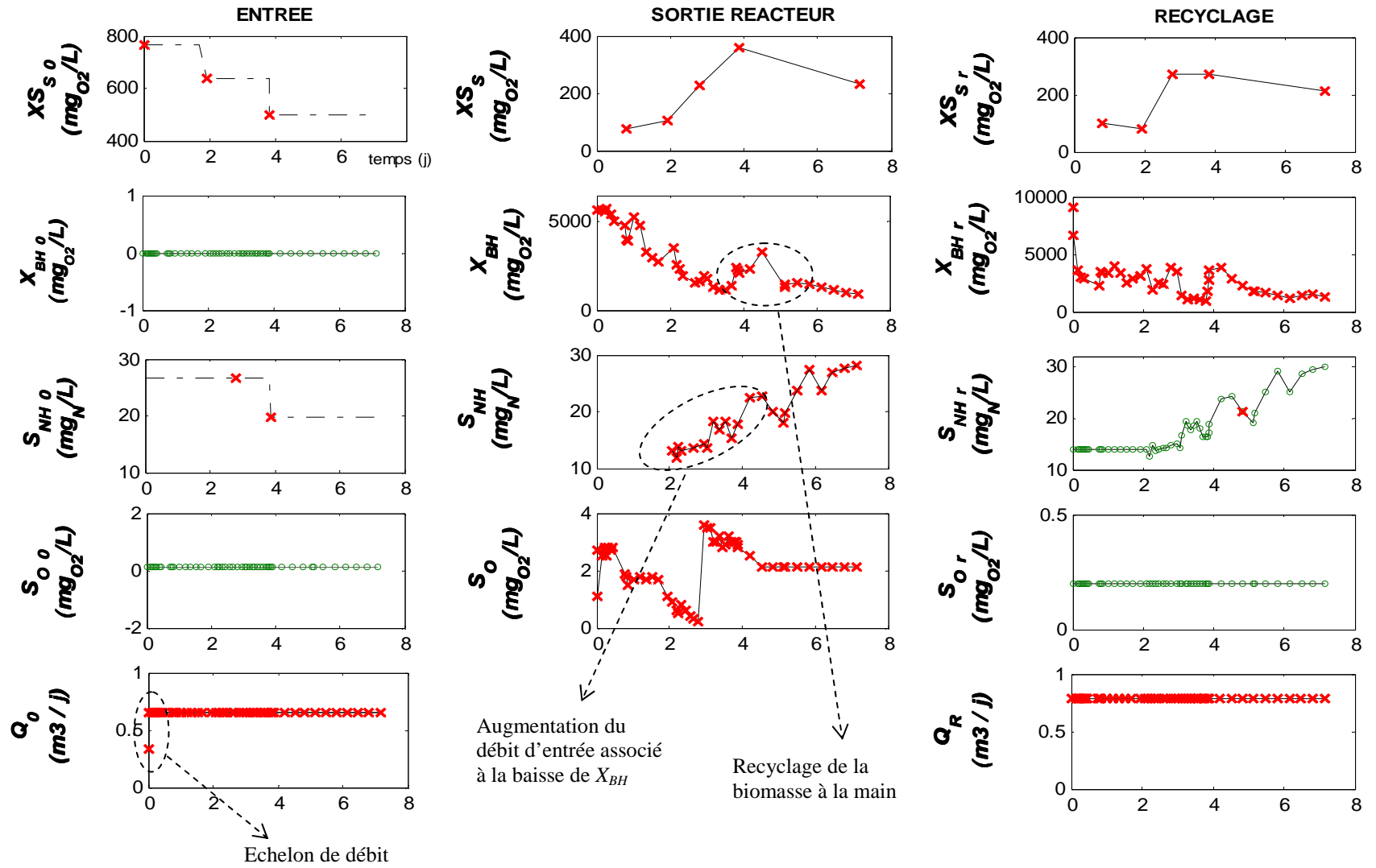


Figure 4.9 : Base de données des entrées du modèle papetier – 1^{ère} campagne de mesures (croix : mesures, trait plein : points interpolés, rond : points reconstitués à partir du modèle de mesures indirectes).

Nous constatons ici que la dynamique des variables d'état est fortement corrélée à celle du recyclage, lui-même dépendant du fonctionnement du clarificateur.

Deuxième campagne du 19 juin 2006 au 28 juin 2006

Nous avons choisi pour la seconde campagne de renouveler l'augmentation du débit d'entrée afin de conforter le premier jeu de données. Cette deuxième campagne s'est déroulée durant 9 jours. Les bases de données pour chacune des entrées du modèle papetier, effluent et boucle de recyclage, ainsi que la base de données des variables d'état sont indiquées sur la figure 4.10. Elles ont été construites de la même manière que les bases de données de la première campagne. Nous ferons remarquer le cas particulier des variables d'entrée XS_{s_0} , XS_{s_r} et de la variable d'état XS_s pour lesquelles certains points (croix encadrées sur la figure 4.10) ont été obtenus par extrapolation des séries de mesures de DBO archivées au cours du fonctionnement du pilote. En effet, de nombreux orages ont entraîné des coupures de courant à répétition perturbant alors les mesures de DBO₅ (arrêt de l'agitation et du maintien de la température à 20°C), ce qui va entacher ces mesures d'une incertitude plus grande sur leurs valeurs.

Outre l'augmentation de débit en entrée, d'autres événements sont à noter sur les variables d'entrée : une forte augmentation de XS_{s_0} à $t = 7$ j (concentration plus forte de la pollution dans l'effluent prélevé sur la station industrielle), une diminution puis une augmentation de la concentration en azote ammoniacal aux instants respectifs $t = 2$ j et $t = 4$ j.

Comme c'était le cas lors de la première campagne, une augmentation de XS_s et XS_{s_r} est notée dès les premiers jours du fait de la hausse du débit d'entrée. En revanche, la tendance de la biomasse est très différente puisque après une rapide diminution sa concentration augmente pour atteindre un maximum au troisième jour puis décroît à nouveau. Comme dit précédemment, l'influence du clarificateur sur la dynamique des variables d'état est importante, une variation de son fonctionnement a donc pu être la cause de ce phénomène non prévu par la simulation. Le passage du réacteur en phase anoxie (S_o inférieur à $0,5 \text{ mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$) a également pu influencer la décroissance de la biomasse. Nous pouvons également expliquer certaines variations brutales de la variable d'état S_{NH} : le premier saut visible à l'instant $t = 2$ j est probablement dû à la diminution de l'apport en nutriment en entrée de réacteur. En revanche, le dernier saut ($t = 7$ j), accompagné d'une augmentation de la biomasse, peut être expliqué par l'augmentation de XS_{s_0} entraînant une amplification du métabolisme bactérien.

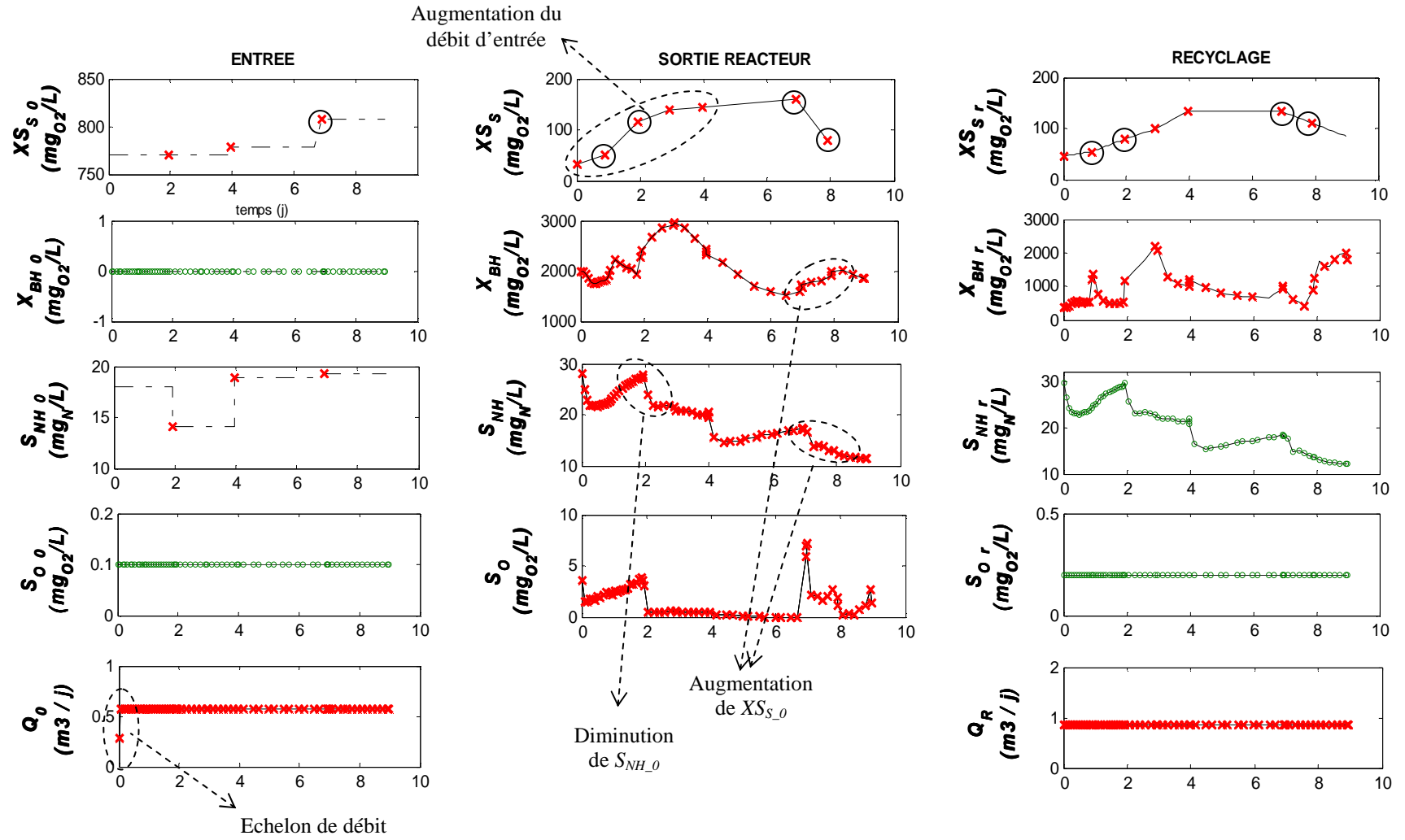


Figure 4.10 : Base de données des entrées du modèle papetier – 2^{ème} campagne de mesures (croix : mesures, croix encadrées : points extrapolés, trait : base de données utilisées).

5. Identification des paramètres biologiques du modèle papetier

L'identification des paramètres du modèle papetier a été réalisée sur la première campagne de mesures (avril 2006), la deuxième campagne étant utilisée pour la validation (juin 2006). Les vecteurs associés aux variables d'entrée et aux variables de recyclage sont utilisés comme entrées mesurées.

Le modèle identifié comporte 3 variables d'état : X_{S_S} , X_{BH} et S_{NH} . En effet, l'alimentation en air étant ajustée manuellement durant les expériences afin de garantir une teneur en oxygène suffisante (paragraphe 4.2), la corrélation entre le paramètre k_a et le % d'ouverture de la vanne, déterminée au chapitre 3, 2.2, ne pouvait être utilisée. Nous avons donc choisi de considérer cette variable d'état comme une variable d'entrée mesurée. Les équations utilisées sont :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{dX_{S_S}}{dt} = [X_{S_S_0} \cdot Q_0 + X_{S_S_r} \cdot Q_r - X_{S_S} \cdot (Q_0 + Q_r)] / V \\ \quad - \frac{1}{Y_H} \cdot \mu_h \cdot \frac{X_{S_S}}{K_{X_S} + X_{S_S}} \cdot \frac{S_O}{K_{O_H} + S_O} \cdot \frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \cdot X_{BH} + (1 - f_p) \cdot b_H \cdot X_{BH} \\ \frac{dX_{BH}}{dt} = [X_{BH_0} \cdot Q_0 + X_{BH_r} \cdot Q_r - X_{BH} \cdot (Q_0 + Q_r)] / V \\ \quad + \mu_h \cdot \frac{X_{S_S}}{K_{X_S} + X_{S_S}} \cdot \frac{S_O}{K_{O_H} + S_O} \cdot \frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \cdot X_{BH} - b_H \cdot X_{BH} \\ \frac{dS_{NH}}{dt} = [S_{NH_0} \cdot Q_0 + S_{NH_r} \cdot Q_r - S_{NH} \cdot (Q_0 + Q_r)] / V \\ \quad - i_{X_B} \cdot \mu_h \cdot \frac{X_{S_S}}{K_{X_S} + X_{S_S}} \cdot \frac{S_O}{K_{O_H} + S_O} \cdot \frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \cdot X_{BH} \end{array} \right. \quad \text{Eq. 4.12}$$

L'identification paramétrique a été réalisée à l'aide d'un critère à minimiser (Eq. 4.14). Les variables d'état mesurées utilisées par ce critère sont X_{BH} et S_{NH} . La variable d'état X_{S_S} n'a pas été prise en compte car d'une part, trop peu de points sont disponibles (cinq), ce qui ne permet pas d'avoir une information dynamique suffisante pour l'identification et, d'autre part, la confiance accordée à cette variable d'état est faible. Par ailleurs, S_O n'étant pas considéré comme une variable d'état, le paramètre Y_H est identifié sur ce même critère. Le critère utilisé pour l'identification est défini par :

$$J = \frac{\sum_{i=1}^n (X_{BH_mesuré} - X_{BH_estimé})^2}{n} + 6500 \cdot \frac{\sum_{i=1}^m (S_{NH_mesuré} - S_{NH_estimé})^2}{m} \quad \text{Eq. 4.13}$$

Une pondération a été ajoutée sur le terme S_{NH} afin que l'erreur apportée par S_{NH} soit du même ordre de grandeur que celle apportée par X_{BH} .

Les paramètres ont été identifiés dans l'ordre proposé à l'issue de l'étude d'identifiabilité précédente (paragraphe 4.1.2). Leur valeur est indiquée dans le tableau 4.5. Les paramètres conservent leur sens physique en respectant la contrainte de positivité et, si nécessaire, la contrainte d'infériorité à 1 (cas de f_P , i_{XB} et b_H). Les paramètres Y_H , b_H et K_{OH} ont peu varié de leur valeur de référence. En revanche, la valeur des autres paramètres a sensiblement évolué :

- f_P a augmenté, ceci peut être probablement expliqué par une différence de la nature de la biomasse traitant les effluents papetiers et donc une répartition différente de la biomasse morte entre les matières organiques biodégradables et les matières inertes ;
- i_{XB} a diminué ce qui indique une consommation de nutriments plus faible de la part de la biomasse ;
- μ_H a également diminué ce qui traduit une activité de la biomasse et par conséquent une conversion de la pollution plus lente pour un effluent papetier que pour un effluent urbain ;
- K_{XS} a augmenté, ce qui est dû à l'utilisation de l'unique variable X_{Sj} pour la représentation de la matière organique biodégradable comme dans le cas du modèle réduit urbain ;
- K_{OH} et K_{NH} ont peu varié de leur valeur de référence.

Paramètre	Valeur identifiée	Valeur du modèle ASM1	Unités
Y_H	0,62	0,67	$g_{O_2_Xbh} \cdot g_{O_2_XSs}^{-1}$
f_P	0,38	0,08	-
i_{XB}	0,016	0,08	$g_N \cdot g_{O_2}^{-1}$
b_H	0,33	0,3	j^{-1}
μ_H	2,64	4	j^{-1}
K_{XS}	167	10	$mg_{O_2} \cdot L^{-1}$
K_{OH}	0,1	0,2	$mg_{O_2} \cdot L^{-1}$
K_{NH}	1	1	$mg_{NH_3-N} \cdot L^{-1}$

Tableau 4.5 : Valeur des paramètres du modèle papetier après identification.

Nous constatons que les variations de valeur des paramètres par rapport au modèle ASM1 sont principalement dues à la nature de la biomasse papetière qui semble avoir un métabolisme plus faible que celui de la biomasse traitant les effluents urbains.

Sur la figure 4.11 apparaissent les courbes d'évolution des variables d'état, seuls les points modélisés correspondant aux instants de mesures sont présentés pour la variable d'état X_{Sj} étant donné l'impossibilité d'analyser sa dynamique. L'initialisation est réalisée au premier point de la base de données. Le modèle suit globalement les points de mesure que ce soit en dynamique ou en amplitude. En ce qui concerne X_{BH} , les variations dynamiques, même les plus rapides, sont reproduites par le modèle. A noter, un écart d'amplitude durant la première journée probablement dû aux incertitudes

liées à l'initialisation du modèle alors que le procédé ne se trouve pas en état stabilisé. La modélisation de la variable d'état S_{NH} est dynamiquement correcte bien que les amplitudes soient légèrement amorties. Malgré l'absence de la variable d'état XS_S dans le critère et l'incertitude sur la mesure, les points modélisés sont corrélés avec les points de mesure.

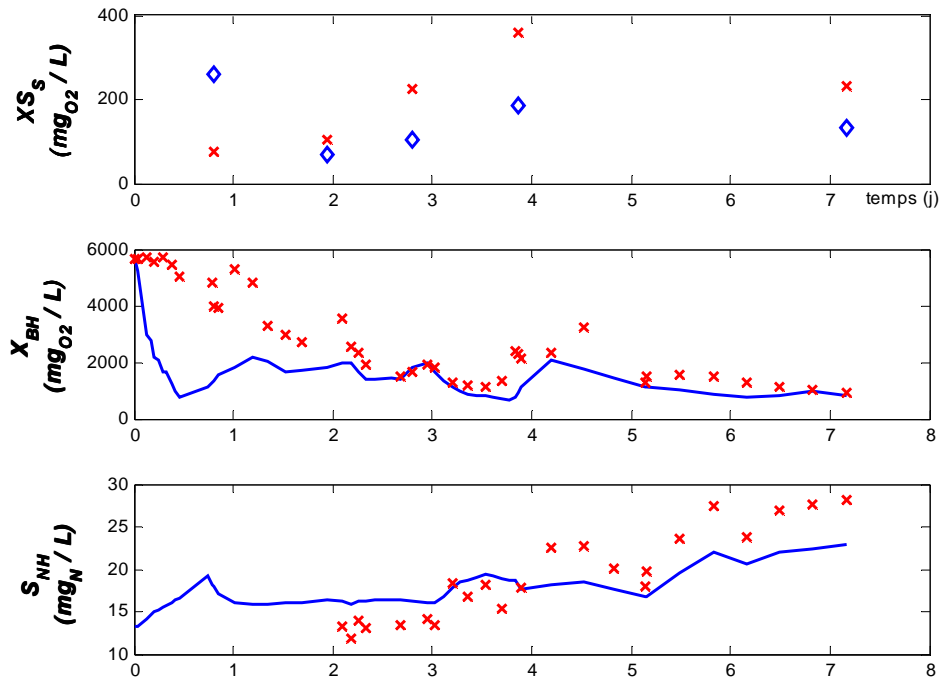


Figure 4.11 : Courbe d'identification du modèle réduit papetier (trait plein : modèle réduit, croix : points de mesure).

Le tableau 4.6 regroupe les erreurs relatives associées à ces résultats ainsi que les écart-types. Nous constatons que les écart-types sont relativement importants, ceci provenant principalement de l'écart entre la modélisation et les points de mesure durant la première journée pour les variables XS_S et X_{BH} . Toutefois, l'erreur relative moyenne reste suffisamment faible sur chacune des variables d'état pour considérer ces résultats satisfaisants.

	XS_S	X_{BH}	S_{NH}
Erreur relative moyenne (%)	24,6	34,6	16,7
Erreur relative minimale (%)	14,3	1,8	0,14
Erreur relative maximale (%)	45,7	68,0	36,2
Ecart-type	213	2857	5

Tableau 4.6 : Erreurs et écart-types associés aux résultats de l'identification du modèle papetier.

Ces résultats concordent avec les objectifs du modèle : même si un léger écart est à noter entre modèle et mesure, la dynamique est bien représentée, ce qui est le but principal du modèle.

6. Validation du modèle

La validation du modèle a été réalisée sur la deuxième campagne de mesures. Les courbes d'évolution des variables d'état sont indiquées sur la figure 4.12. L'initialisation est réalisée au premier point de la base de données (maintien fictif de ce point sur une durée de un jour précédent $t = 0j$).

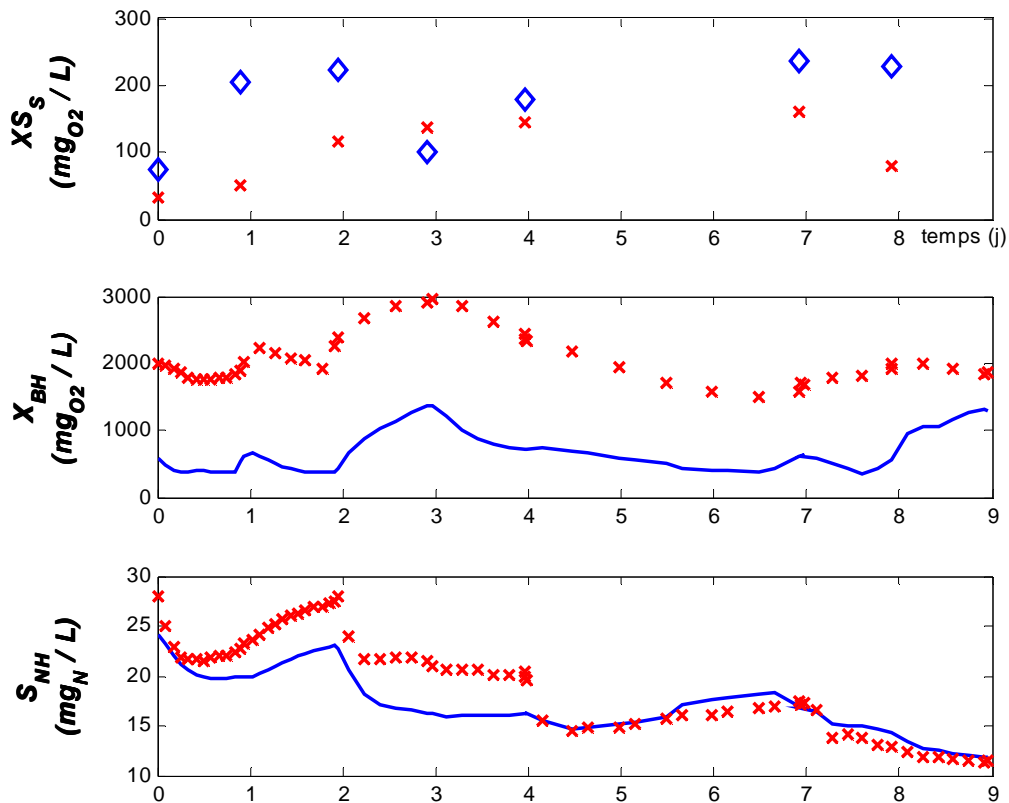


Figure 4.12 : Courbe de validation du modèle réduit papetier (trait plein : modèle réduit, croix : points de mesure, croix encerclées : points extrapolés)

La dynamique de la variable X_{S_s} ne peut être validée étant donné le faible nombre de points de mesure. Toutefois, la modélisation obtenue ne semble pas aberrante, l'écart entre celle-ci et les points de mesure pouvant être expliqué en partie par l'imprécision sur certains points de mesures du fait des coupures d'électricité.

En ce qui concerne la variable d'état X_{BH} , la dynamique est très bien conservée ce qui indique que le modèle prend en compte l'ensemble des phénomènes affectant la biomasse. Le biais observé, plus important que dans le cas de l'identification, est probablement dû à la méthode de réajustement de la mesure de MES par prélèvement automatique (chapitre 3, paragraphe 1.5) moins précise dans ce cas.

La modélisation de la variable d'état S_{NH} est très proche des mesures tant en dynamique qu'en amplitude. Comme dans le cas de l'identification, un léger amortissement de l'amplitude des variations est observé.

Le tableau 4.7 regroupe les erreurs associées à ces résultats, il valide les conclusions énoncées précédemment, les erreurs relatives moyennes importantes sur les variables d'état X_{S_5} et X_{BH} provenant de l'imprécision sur ces mesures. Les valeurs d'écart-type confirment le biais présent sur la variable d'état X_{BH} .

	X_{S_5}	X_{BH}	S_{NH}
erreur relative moyenne (%)	134,9	70,4	11,7
erreur relative minimale (%)	4,3	29,4	0,4
erreur relative maximale (%)	316,4	83,6	22,7
écart-type	64	2838	4,9

Tableau 4.7 : Erreurs et écart-types associés aux résultats de la validation du modèle papetier.

Nous retrouvons donc, pour cette validation, les mêmes caractéristiques que celles obtenues lors de l'identification paramétrique, à savoir une très bonne modélisation dynamique et un biais qui ne peut être réduit du fait des incertitudes sur les mesures.

7. Conclusion

Un modèle de mesure indirecte répondant aux contraintes à la fois matérielles et temporelles et pouvant être utilisé durant les campagnes de mesures a été établi à l'aide de nombreux résultats expérimentaux. De nombreuses hypothèses ont dû être posées afin d'aboutir à un modèle réaliste. Ce modèle a l'avantage de n'utiliser qu'un très faible nombre de mesures (DBO_5 , MES et azote ammoniacal) pour reconstruire les données nécessaires à la simulation du modèle dynamique.

Lors d'une seconde étape, nous avons défini les perturbations influençant la dynamique du procédé. Nous avons alors choisi d'expérimenter une augmentation du débit d'entrée de l'effluent par rapport à sa valeur nominale. Une étude d'identifiabilité paramétrique en simulation a permis de proposer une stratégie d'identification des paramètres.

Deux campagnes de mesures reproduisant la même perturbation de débit d'entrée de l'effluent constituent la base de données dynamique. L'identification paramétrique a été menée sur les données de la première campagne de mesures, seules X_{BH} et S_{NH} ont été utilisés car nous disposons de trop peu

de mesures sur XS_S . Les valeurs identifiées restent cohérentes avec ce qu'on peut attendre. La validation du modèle a été effectuée avec les données obtenues lors de la deuxième campagne de mesures. Les courbes obtenues montrent une très bonne modélisation de la dynamique du procédé ce qui répond à l'objectif initial de notre étude. Nous pouvons donc conclure que le modèle papetier répond aux exigences nécessaires pour une utilisation en aide à la décision.

D'autres campagnes de mesures pourront venir renforcer ces résultats, elles devront comporter les améliorations expérimentales suivantes :

- l'intégration de S_O en tant que variable d'état dans le modèle permettra d'utiliser cette information dans le critère d'identification et donc de préciser les résultats de cette étape ;
- l'augmentation du nombre de points de mesure pour la variable d'état XS_S est nécessaire afin d'obtenir une information dynamique ;
- l'influence du clarificateur sur l'état général du procédé ayant été mis en évidence, son fonctionnement devra être amélioré pour pouvoir l'intégrer dans la modélisation.

Des événements tels que diminution de l'aération, diminution de l'apport de nutriments, augmentation du débit d'entrée mais d'amplitude plus faible pourront ainsi être testés afin d'obtenir un ensemble de données représentatives du comportement d'un procédé industriel.

Conclusion générale et perspectives

L'objectif de ce travail de recherche était de mettre en place les bases d'un outil d'aide à la décision dédié au traitement biologique par boues activées d'effluents papetiers : un modèle validé sur effluents industriels papetiers. Une première conclusion est que cet objectif est atteint.

Nous nous sommes attachés dans la première partie de ce manuscrit à apporter les connaissances nécessaires sur le traitement biologique des effluents en décrivant les différents types de polluants existants, le principe du procédé de traitement et ses caractéristiques de fonctionnement, le métabolisme bactérien. Il est apparu que le fonctionnement d'une station de traitement des effluents papetiers est très différent de celui d'une station pour le traitement des effluents urbains que ce soit en terme de structure du réacteur biologique, de charge ou encore de maintien des conditions opératoires (ajout de nutriments), ceci étant imposé par la composition de l'effluent à traiter. Par ailleurs, la problématique spécifique au suivi du traitement des effluents papetiers est principalement liée aux fluctuations de l'effluent et à la difficulté d'obtention d'une information précise, rapide et complète sur l'état du procédé. L'apport d'outils d'aide à la décision au suivi de ces procédés serait donc bénéfique. Les outils proposés dans la littérature étant généralement fondés sur des systèmes experts, ils permettent d'analyser l'information obtenue sur le procédé mais n'apportent pas de solution au problème du manque de mesures.

Nous proposons l'utilisation de plusieurs outils de l'automatique afin d'apporter une réponse globale aux difficultés de suivi : la modélisation pour décrire l'évolution dynamique du procédé, l'observation pour reconstruire les états non mesurés, l'anticipation par extraction de tendance afin de prévoir l'évolution du procédé et de détecter précocement les dysfonctionnements et enfin l'aide à la décision pour l'analyse et la mise en forme de l'information et la proposition d'actions à l'opérateur.

La modélisation a été effectuée par réduction du modèle biologique ASM1 grâce au choix du schéma réactionnel. Cette démarche est celle qui permet la plus importante réduction de l'ordre du modèle tout en conservant l'information essentielle pour expliquer le fonctionnement du procédé. Une étude initiale a été réalisée sur les procédés de traitement des effluents urbains aboutissant à la proposition d'un modèle réduit urbain comportant un faible nombre de variables d'état et de

paramètres. Ce modèle générique a la particularité de représenter les phénomènes principaux de dépollution des effluents, qu'ils soient urbains ou papetiers. Son applicabilité à un effluent papetier a donc été testée par une étude de sensibilité paramétrique qui a montré que le nombre de paramètres reste trop important pour une identification expérimentale précise. Ceci aurait en effet pour conséquence de pénaliser les performances dynamiques du modèle. Par conséquent, ce modèle générique a été adapté au cas papetier : il ne comporte plus que quatre variables d'état et deux cinétiques (huit paramètres). L'étendue du domaine de validité du modèle papetier a été mise en évidence grâce à une étude ACP ainsi que sa cohérence en cas de conditions opératoires extrêmes. Nous pouvons donc conclure que le modèle papetier est un modèle biologique suffisamment simple et représentatif des phénomènes prépondérants d'un procédé de traitement d'effluent papetier.

Une base de données papetières, créée à partir des informations recueillies aux Papeteries de Lancey pour l'entrée de l'effluent et par le simulateur urbain pour le recyclage, a été utilisée pour adapter les valeurs des paramètres du modèle papetier à l'effluent papetier. Les résultats sont très satisfaisants. Cependant, pour s'affranchir entièrement du simulateur urbain, le clarificateur a été modélisé et associé au modèle papetier. Les résultats de simulation ont mis en évidence un problème structurel lié à la fois à la modélisation du clarificateur et à l'absence dans le modèle papetier des composés particuliers issus de la mort de la biomasse. La modélisation de la boucle complète de traitement nécessite donc une étude approfondie du fonctionnement du clarificateur dont l'importance du rôle dynamique a été montrée.

La conception et le développement d'un pilote, réalisés en parallèle des travaux de simulation, ont permis de l'utiliser pour la validation du modèle papetier. Ses principales caractéristiques résident dans ses dimensions semi-industrielles permettant une mise à l'échelle des résultats et dans sa modularité favorisant l'adaptation de sa configuration à différentes stations réelles. Ce pilote est entièrement supervisé par un outil industriel. Après avoir caractérisé le fonctionnement du pilote, les phases de démarrage et d'exploitation ont été entreprises. Les conditions opératoires du pilote ont été ajustées afin d'optimiser son fonctionnement. Le réacteur biologique et le système d'alimentation donnent des résultats très satisfaisants, le fonctionnement du clarificateur et du système de recyclage des boues peuvent être améliorés.

Outre le suivi quotidien du procédé, deux campagnes de mesures ont été menées afin de constituer une base de données pour la validation du modèle. Ces campagnes ont fait l'objet d'un suivi assidu de l'état du pilote.

Une démarche méthodologique a été mise en œuvre afin de recueillir une base de données la plus pertinente possible pour la validation du modèle. Après avoir vérifié expérimentalement les hypothèses établies pour le modèle papetier, nous avons proposé un modèle de mesures indirectes afin

d'établir le lien entre les variables d'état du modèle papetier et les mesures directement accessibles sur le pilote tout en minimisant le nombre de mesures à réaliser. Les campagnes de mesures à réaliser ont alors été définies dans le but d'apporter le maximum d'information dynamique pour l'identification paramétrique. Malgré certains aléas expérimentaux, les résultats obtenus en identification et en validation sont tout à fait pertinents et satisfaisants. Les difficultés liées à l'identifiabilité des paramètres ont été minimisées. Les dynamiques sont très bien représentées par le modèle, seul un léger biais est à noter sur certaines variables d'état, biais pouvant être dû aux incertitudes liées aux mesures.

Ces travaux ont donc permis de développer un modèle dédié au traitement des effluents papetiers. La conception et le développement d'un pilote représentant pour cette étude le fonctionnement d'une station industrielle papetière type ont abouti à la constitution d'une base de données expérimentale. La validation du modèle papetier sur cette base de données a montré que la dynamique de ce modèle est particulièrement pertinente, ce qui est le plus important pour les futures étapes de l'outil d'aide à la décision, notamment celle d'extraction de tendances mais aussi pour reconstruire l'état de la biomasse à l'aide d'un observateur des états non mesurés.

Ce travail ouvre de nombreuses perspectives. Tout d'abord, les résultats obtenus peuvent être directement renforcés et étendus par :

- l'amélioration du fonctionnement du pilote : l'amélioration du fonctionnement du clarificateur et de la boucle de recyclage doit être poursuivie afin de permettre la maîtrise de la concentration en boues dans le réacteur et assurer ainsi une plus grande stabilité du fonctionnement du pilote ;
- l'obtention de résultats expérimentaux plus étendus :
 - la mise en œuvre de configurations hydrodynamiques différentes dans le réacteur biologique permettrait à la fois d'évaluer l'influence de l'hydrodynamique sur l'efficacité de traitement et de tester la partie biologique du modèle dans d'autres configurations géométriques ;
 - il serait intéressant de réaliser des campagnes de mesures supplémentaires impliquant des variations des conditions opératoires autres que celle sur le débit d'entrée de l'effluent. Ces nouvelles bases de données pourraient alors être utilisées afin de vérifier la validité du modèle sur différentes gammes de fonctionnement du pilote ;
- l'amélioration du modèle :
 - les pistes de recherche proposées sur le modèle papetier concernant les composés particuliers doivent être explorées afin de proposer une modélisation complète de la boucle de traitement ;
 - l'information apportée par d'autres types de capteurs en ligne (redox, UV, conductivité,...) permettrait de disposer de données régulières sur le procédé. Il sera donc

nécessaire d'évaluer la qualité de l'information ainsi obtenue et de déterminer un lien éventuel entre celle-ci et les variables d'état du modèle.

L'un des résultats importants de ce travail a été de mettre en évidence l'importance du rôle du clarificateur dans le fonctionnement du procédé à boues activées. La maîtrise du fonctionnement de ce clarificateur par une meilleure connaissance phénoménologique reste une voie à explorer et viendrait compléter ce travail de modélisation.

Les perspectives pour les étapes restantes de l'outil d'aide à l'opérateur :

- un observateur, basé sur l'approche à horizon glissant, a été développé pour le modèle urbain [Bassompierre *et al.*, 2006b]. Il est maintenant possible de le réaliser pour les effluents papetiers, en utilisant uniquement les capteurs en ligne existants sur site réel. Nous pourrions alors lever une partie du verrou du manque d'information sur le procédé. Dans ce même objectif, le modèle de mesures indirectes pourrait s'avérer fort utile. Associé aux techniques des observateurs à horizon glissant, un observateur à entrées inconnues pourrait aussi être une voie intéressante.
- les étapes d'anticipation et de proposition d'action pourront ensuite être développées ;
- une extension à la boucle complète de traitement, comprenant le clarificateur, devra être envisagée ;
- l'outil finalisé d'aide à la décision pourra alors être validé sur le pilote. Des démonstrations pourront être présentées aux industriels papetiers.

L'outil ainsi réalisé permettra alors une réelle maîtrise de la qualité des eaux issues du traitement biologique par boues activées d'effluents papetiers.

Références

ALAMIR M. Optimization based non-linear observers revisited. *International Journal Control*, 1999, 72(13), p. 1204-1217.

ALEXANDRE O., BOUTIN C., DUCHENE P., LAGRANGE C., LAKEL A., LIENARD A., ORDITZ D. Filières d'épuration adaptées aux petites collectivités. *Documents techniques FNDAE n°22*, Cemagref, 1997.

BAJPAI P. *Treatment of pulp and paper mill effluents with anaerobic technology*. Leatherhead, Angleterre, Pira International, 2000, 129 p.

BALDWIN D.D, CAMPBELL C.E. Short-term effects of low pH on the microfauna of an activated sludge wastewater treatment system. *Water Quality Research Journal of Canada*, 2001, 36(3), p. 519-535.

BALLINGER D., LLOYD A., MORRIS A.. Determination of chemical oxygen demand of wastewaters without the use of mercury salts. *Analyst*, 1982, 107, p. 1047-1053.

BARANAO P.A., HALL E.R. Modelling carbon oxidation in pulp mill activated sludge systems: calibration of Activated Sludge Model No 3. *Water Science and Technology*, 2004, 50(3), p. 1-10.

BASSOMPIERRE C., CADET C., GUILLET A., AUROUSSEAU M., BETEAU J.F. Adaptation d'un pilote modulable à une configuration industrielle : réglage des paramètres hydrodynamiques. *10^{ème} Congrès de la Société Française de Génie des Procédés SFGP'05*, 20-22 septembre 2005, Toulouse, France.

BASSOMPIERRE C. *Installation pilote pour le traitement des effluents industriels et urbains – Guide utilisateur*. Rapport interne, Laboratoire d'Automatique de Grenoble, 2006, NI06-010.

BASSOMPIERRE C., CADET C., BETEAU J.F., AUROUSSEAU M., GUILLET A. Towards an integrated co-operative supervision system for activated sludge processes optimisation. *International Symposium on Advanced Control of Chemical Processes, ADCHEM'06*, April 2-5, 2006a, Gramado, Brazil.

BASSOMPIERRE C., LI S., CADET C. Activated sludge processes state estimation: a nonlinear moving horizon observer approach. *American Control Conference, ACC'06*, June 14-16, 2006b, Minneapolis, USA.

BASSOMPIERRE C., GUILLET A., AUROUSSEAU M., CADET C., BETEAU J.F., LENZI F. (2006). Paper mill wastewater treatment: off line measurement correlations for monitoring. *3rd International Conference on Environmental Engineering and Management, ICEEM'03*, 21-24 September, 2006c, Iasi, Romania.

BASTIN G., DOCHAIN D. *On-line estimation and adaptive control of bioreactors*. Amsterdam, Elsevier, 1990, 379 p.

BEAUDRY J.P. *Traitement des eaux*. Québec, Le Griffon d'argile, 1984, 231 p.

BEDARD S., SORIN M., LEROY C. Application of process integration in water re-use projects. *Pulp and Paper Canada*, 2001, 102(3), p. 53-56.

BELANCHE L.A., VALDES J.J., COMAS I.R., POCH M. Towards a model of input-output behaviour of wastewater treatment plants using soft computing techniques. *Environmental Modelling & Software*, 1999, 14, p.409-419.

BETEAU J.F. *Modélisation et commande d'un bioprocédé industriel de traitement des déchets urbains*. Th : Automatique, Institut National Polytechnique de Grenoble, 1992, 276 p.

BOGAERTS P., HANUS R. On-line estimation of bioprocesses with full horizon observers. *Mathematics and Computers in Simulation*, 2001, 56, p. 425-441.

BOUDRANT J., CORRIEU G., COULET P. *Capteurs et mesures en biotechnologie*. Paris, Lavoisier, 1994, 496 p.

BOURGEOIS W., BURGESS J.E., STUETZ R.M. On-line monitoring of wastewater quality: a review. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 2001, 76, p. 337-348.

BRUN R., KUHN M., SIEGRIST H., GUJER W., REICHERT P. Practical identifiability of ASM2d parameters – systematic selection and tuning of parameter subsets. *Water Research*, 2002, 36, p.4113-4127.

BUCHE G. *Pilote boues activées – Notice d'utilisation de l'armoire de commande : mise en route – gestion des sécurités*. Notice technique, Laboratoire d'Automatique de Grenoble, 2005, 300905.

CADET C., TOURE Y., GILLES G., GATINA J.C. Nonlinear receding horizon observer and model based predictive control of evaporators in cane sugar industry. *Proceedings of European Control Conference*, 1999, Karlsruhe, Germany.

CADET C., PLOUZENNEC P. Synthesis of model based observers for activated sludge processes. *International Conference on Mathematical Modelling Mathmod*, 2003, Vienna, Austria.

CADET C., LUCAS N., BETEAU J.F., GUILLET A., AUROUSSEAU M., SIMONIN N. Modelling of wastewater treatment of a pulp and paper mill for monitoring. *Environmental Engineering and Management Journal*, 2003, 2(3), p. 163-174.

CADET C., BETEAU J.F., HERNANDEZ S.C. Multicriteria control strategy for cost / quality compromise in Wastewater treatment plants. *Control Engineering practice*, 2004, 12, p. 335-347.

CANLER J.P., PERRET J.M., DUCHENE P., COTTEUX E.. *Aide au diagnostic des stations d'épuration par l'observation microscopique des boues activées*. Cemagref, 1999, 155 p.

CANLER J.P., PERRET J.M. Etude des prétraitements compacts basés uniquement sur le tamisage fin – Cas du traitement des eaux résiduaires urbaines ou domestiques. *Document technique FNDAE n°28*, Cemagref, 2004.

CANLER J.P., PERRET J.M. La clarification : approche dimensionnelle basée sur le couple aération – clarification. Fondements et évolution. *Techniques sciences méthodes, génie urbain génie rural*, 2005, 2, p. 44-55.

CARDOT Claude. *Les traitements de l'eau – Procédés physico-chimiques et biologiques*. Paris : Ellipses, 1999, 247 p.

- CHARBONNIER S., GARCIA-BELTAN C., CADET C., GENTIL S. Trends extraction and analysis for complex system monitoring and decision support. *Engineering Applications of Artificial Intelligence*, 2004, 18, p. 21-36.
- CONTRERAS E., BERTOLA N., GIANNUZZI L., ZARITZKY N. A modified method to determine biomass concentration as COD in pure cultures and in activated sludge systems. *Water SA*, 2002, 28(4), p. 463-468.
- COPP J.B. *The COST simulation benchmark: description and simulator manual*. Office for Official Publications of the European Community, Luxembourg, 2002.
- COTE M., GRANDJEAN P.A.B., LESSARD P., THIBAUT J. Dynamic modelling of the activated sludge process: improving prediction using neural networks. *Water Research*, 1995, 29(4), p.995-1004.
- DEGREMONT. *Mémento technique de l'eau*. 10^e ed. Paris, Lavoisier, 2005, 1904 p.
- DILEK F.B., GOKCAY C.F. Treatment of effluents from hemp-based pulp and paper industry: waste characterization and physico-chemical treatability. *Water Science and Technology*, 1994, 29(9), p. 161-163.
- DOCHAIN D., BASTIN G., BERNARD O., GENOVESI A., GOUZE J.L., HARMAND J., PERRIER M., QUEINNEC I., SMETS I., STEYER J.P., VAN IMPE J., VANROLLEGHEM P. *Automatique des bioprocédés*. Paris, Hermes, 2001, 246 p.
- DUTTA S.K. Study of the physiochemical properties of effluent of the paper mill that affected the paddy plants. *Journal of Environment and Pollution*, 1999, 6(2-3), p. 181-188.
- EDELIN F. *L'épuration biologique des eaux résiduaires – Théorie et technologie*. 3^e ed. Liège : Cebedoc, 1988, 304 p.
- ELLIOTT A., VOSS R. Consequences of increasing effluent concentration on secondary treatment performance. *Pulp and Paper Canada*, 2004, 105(7), p. 38-43.
- ESCOFIER B., PAGES J. *Analyses factorielles simples et multiples : objectifs, méthodes et interprétation*. Paris, Dunod, 1998, 284 p.
- EVSUKOFF A., GENTIL S., MONTMAIN J. Fuzzy reasoning in co-operative supervision systems. *Control Engineering Practice*, 2000, 8, p. 389-407.
- FARZA M., CHERUY A. CAMBIO: software for modelling and simulation of bioprocesses. *Cabios*, 1991, 7(3), p. 327-336.
- FIKAR M., CHACHUAT B., LATIFI M.A. Dynamic optimisation of the aeration in a small-size alternating activated sludge process. *Computer Applications in Biotechnology*, 9th International Symposium, CAB'09, 28-31 march 2004, Nancy, France.
- GOMEZ-QUINTERO C.S., QUEINNEC I., BABARY J.P.. A reduced nonlinear model of an activated sludge process. *International Symposium on Advanced Control of Chemical Processes, ADCHEM*, 14-16 June, 2000, Pisa, Italy.
- GOMEZ-QUINTERO C.S., QUEINNEC I., SPERANDIO M. A reduced linear model of an activated sludge process. *Computer Applications in Biotechnology*, 9th International Symposium, CAB'09, 28-31 march 2004, Nancy, France.

GRANDJEAN B. *Principe des traitements biologiques* [cours en ligne]. Université Laval, Canada, 2006. Disponible sur : <http://www.gch.ulaval.ca/bgrandjean/gch13201/p4.pdf>.

GRIEVES R., MILBURY W., PIPES W. A mixing model for activated sludge. *Journal Water Pollution Control Federation*, 1964, 36(5), p. 619-635.

GUPTA A. Pollution load of paper mill effluent and its impact on biological environment. *Journal of Ecotoxicology and Environmental Monitoring*, 1997, 7(2), p. 101-112.

HADJ-SADOK Zakaria Mohamed. *Modélisation et estimation dans les bioréacteurs; prise en compte des incertitudes : application au traitement de l'eau*. Th : Sciences de l'Ingénieur, Nice – Sophia Antipolis, 1999, 267 p.

HASELTINE E.L., RAWLINGS J.B. Critical evaluation of Extended Kalman Filtering and Moving Horizon Estimation. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 2005, 44, p.2451-2460.

HENZE M., GRADY C.P.L., GUJER W., MARAIS G.V.R., MATSUO T. *Activated Sludge Model No. 1*. IAWQ Scientific and Technical Report No. 1, 1987, London.

HENZE M., GUJER W., MINO T., VAN LOOSDRECHT M.C.M. *Activated Sludge Models ASM1, ASM2, ASM2d and ASM3*. IWA Scientific and Technical Report 9, IWA publishing, 2000, London.

HORAN N.J., CHEN W. The treatment of a high strength pulp and paper mill effluent for waste water re-use. I) The use of modelling to optimise effluent quality from the existing wastewater treatment plant. *Environmental Technology*, 1998, 19, p. 153-161.

IRVINE R.L., BRYERS J.D. Stoichiometry and kinetics of waste treatment. *Comprehensive Biotechnology*, Pergamon, New-York, 1985, Cap. 41, 4, p. 757-772.

JACOB J., VIVIAN C., HOULE J.F., PARIS J. Analyse et optimisation des réseaux d'eau dans les procédés de fabrication des pâtes et papier. *Pulp and Paper Canada*, 2002, 103(3), p. 24-27.

JEPPSSON U. *Modelling aspects of wastewater treatment processes*. Th : Automatique, Lund Institute of technology, Sweden, 1996, 428 p.

JIRKA A.M., CARTER M.J.. Micro semi-automated analysis of surface and wastewaters for chemical oxygen demand. *Analytical Chemistry*, 1975, 47(8), p.1397-1402.

JULIEN S. *Modélisation et estimation pour le contrôle d'un procédé boues activées éliminant l'azote des eaux résiduaires urbaines*. Th : Automatique, Institut National Polytechnique de Toulouse, 1997, 142 p.

KEECH G.W., WHITING P., GRANT ALLEN D. Effect of paper machine additives on the health of activated sludge. *Tappi Journal*, 2000, 83(3), p. 86-93.

KOLLER E. *Traitement des pollutions industrielles. Eau – air – déchets – sols – boues*. Prais, Dunod, 2004, 424 p.

KOVACS T., GIBBONS S., O'CONNOR B., MARTEL P., PAICE M., NAISH V., VOSS R. Summary of case studies investigating the causes of pulp and paper mill effluent regulatory toxicity. *Water Quality Research Journal of Canada*, 2004, 39(2), p. 93-102.

KWOK NY., DONG SJ., LO WH., WONG KY. An optical biosensors for multi-sample determination of biochemical oxygen demand. *Sensors and Actuators B Chemical*, 2005, 110(2), p.289-298.

KWON J.Y., CHUNG P.G., LIM I.H. Removal of residual COD in biologically treated paper-mill effluent and degradation of lignin using nonthermal plasma unit. *Journal of Environmental Science and Health*, 2004, A39(7), p. 1853-1865.

LACORTE S., LATORRE A., BARCELO D., RIGO A., MALMQVIST A., WELANDER T. Organic compounds in paper-mill process waters and effluents. *Trends in Analytical Chemistry*, 2003, 22(10), p. 725-737.

LEBART L., MORINEAU A., PIRON M. *Statistique exploratoire multi-dimensionnelle*. Paris, Dunod, 1995, 439 p.

LEVSTEK M., PLAZL I., KOLOINI T. Modelling of a Pilot Wastewater Treatment Plant Operated With Variable Inflows. *Chemical and Biochemical Engineering Quarterly*, 2006, 20(1), p. 85-91.

LIDE D.R. *Handbook of Chemistry and Physics*. 84e ed, CRC Press, 2003.

LINDBLOM E., ROSEN C., VANROLLEGHEM P.A., OLSSON L.E., JEPSSON U. Modelling a nutrient deficient wastewater treatment process. *4th IWA World Water Conference*, September 19-24, 2004, Marrakech, Maroc.

METCALF M., EDDY E. *Wastewater engineering: treatment and reuse*. 4e ed, McGraw – Hill College, 2003, 1819 p.

MICHAELIS L., MENTEN M.L.. Die kinetic der Invertinwirkung. *Biochemische Zeitschrift*, 1913, 49, p. 334-369.

MONOD J. *Recherches sur la croissance des cultures bactériennes*. Paris, Hermann, 1942, 210 p.

MORENO S., PEULOT E. *Le GEMMA : Modes de marches et d'arrêts – GRAFCET de coordination des tâches – Conception des systèmes automatisés de production sûrs*. Paris, Castella, 1997, 255 p.

MORGAN-SAGASTUME F., ALLEN D.G. Physicochemical properties and stability of activated sludge flocs under temperature upshifts from 30 to 45°C. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2005, 281, p. 136-145.

MORINEAU A., ALUJA-BANET T. *Analyse en composantes principales*. Montreuil, Cisia/Ceresta, 2003, 150 p.

PARASKEVAS P.A., PANTELAKIS I.S., LEKKAS T.D. An advanced integrated expert system for wastewater treatment plants control. *Knowledge-Based Systems*, 1999, 12, p. 355-361.

POKHREL D., VIRARAGHAVAN T. Treatment of pulp and paper mill wastewater – a review. *Science of the total environment*, 2004, 333, p. 37-58.

PONS M.N., CASELLAS M., DAGOT C. Definition of a benchmark protocol for sequencing batch reactors (B-SBR). *Computer Applications in Biotechnology*, 9th International Symposium, CAB'09, 28-31 march 2004, Nancy, France.

POTIER O. *Etude des stations d'épuration des eaux usées urbaines par boues actives : modélisation de l'aérateur canal*. Th : Génie des Procédés, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, 1993, 198 p.

POTIER O., PONS M.N., LECLERC J.P., PROST C. Etude de l'hydrodynamique d'un réacteur canal à boues activées en régime variable. *Récents progrès en Génie des Procédés : traceurs et méthodes de traçage*, 1998, 2(61), p.367-372.

POTIER O., LECLERC J.P., PONS M.N. Influence of geometrical and operational parameters on the axial dispersion in an aerated channel reactor. *Water Research*, 2005, 39(18), p. 4454-4462.

PRONOST J., PRONOST R., DEPLAT L., MALRIEU J., BERLAND J.M. *Stations d'épuration : dispositions constructives pour améliorer leur fonctionnement et faciliter leur exploitation*. Office international de l'eau, 2002, Document technique n°22 bis.

PUJOL R., VACHON A., MARTIN G. *Guide technique sur le foisonnement des boues activées*. Document technique FNDAE, 1990, n°8.

RAISSI T., RAMDANI N., CANDAU Y. Bounded error moving horizon state estimator for non-linear continuous-time systems: application to a bioprocess system. *Journal of Process Control*, 2005, 15, p. 537-545.

RAMALHO R.S. *Introduction to wastewater treatment processes*. 2^e ed, Academic Press, 1983, 409 p.

RAO C.V., RAWLINGS J.B., LEE J.H. Constrained linear state estimation – a moving horizon approach. *Automatica*, 2001, 37, p. 1619-1628.

RASTOGI S., RATHEE P., SAXENA T., MEHRA N., KUMAR R.. BOD analysis of industrial effluents: 5 days to 5 min. *Current Applied Physics*, 2003, 3, p. 191-194.

ROHELLA R.S., CHOUDHURY S., MANTHAN M., MURTHY J.S. Removal of colour and turbidity in pulp and paper mill effluents using poly-electrolytes. *Indian Journal of Environmental Health*, 2001, 43, 4, p.159-63.

ROUSTAN M. *Transferts gaz-liquide dans les procédés de traitement des eaux et des effluents gazeux*. Ed Tec&Doc, Lavoisier, Paris, 2003, 798 p.

SANCHEZ M., CORTES U., LAFUENTE J., RODA I., POCH M. DAI-DEPUR : an integrated and distributed architecture for wastewater treatment plants supervision. *Artificial Intelligence in Engineering*, 1996, 1, p. 275-285.

SARLIN T., HALTTUNEN S., VUORIRANTA P., PUHAKKA J. Effects of chemical spills on activated sludge treatment performance in pulp and paper mills. *Water Science and Technology*, 1999, 40(11-12), p. 319-325.

SATIN M., BELMI B. *Guide technique de l'assainissement*. 2^e ed., Paris, Le Moniteur, 1999, 680 p.

SHAHRIARI H., ESKICIOGLU C., DROSTE R.L. Simulating activated sludge system by simple-to-advanced models. *Journal of Environmental Engineering*, 2006, 132(1), p.42-50.

SMETS I., BERANERTS K., SUN J., MARCHAL K., VANDERLEYDEN J., VAN IMPE J. Sensitivity function based model reduction: a bacterial gene expression case study. *15th Triennial World Congress, IFAC*, 2002, Barcelona, Spain.

SMETS I.Y., HAGEBAERT J.V., CARRETTE R., VAN IMPE J.F. Linearization of the activated sludge model ASM1 for fast and reliable predictions. *Water Research*, 2003, 37, p. 1831-1851.

SPANJERS H., VANROLLEGHEM P.A. Respirometry as a toll for rapid characterization of wastewater and activated sludge. *Water Science and Technology*, 1995, 31(2), p.105-114.

SPERANDIO M. *Développement d'une procédure de compartimentation d'une eau résiduaire urbaine et application à la modélisation dynamique de procédés à boues activées*. Th : Génie des Procédés, INSA Toulouse, 1998, 221 p.

STEFFENS M.A., LANT P.A., NEWELL R.B. A systematic approach for reducing complex biological wastewater treatment models. *Water Research*, 1997, 31(3), p. 590-606.

STRICKER A.E., RACAULT Y. Application of Activated Sludge Model No.1 to biological treatment of pure winery effluents: case studies. *Water Science and Technology*, 2005, 51(1), p. 121-127.

SUZUKI T., SAKINO Y., NAKAJIMA M., ASAMA H., FUJII T., SATO K., KAETSU H., ENDO I. A novel man-machine interface for a bioprocess expert system constructed for cooperative decision making and operation. *Journal of Biotechnology*, 1997, 52, p. 277-282.

SZAFNICKI K., NARCE C., BOURGOIS J. Towards an integrated tool for control, supervision and operator training – application to industrial wastewater detoxication plants. *Control Engineering Practice*, 2005, 13, p. 729-738.

TAKACS I., PATRY G.G. and NOLASCO D. A dynamic model of the clarification thickening process. *Water Research*, 1991, 25(10), p.1263-1271.

TAMBOSI J.L., DI DOMENICO M., SCHIRMER W.N., JOSE H.J., MOREIRA R. Treatment of paper and pulp wastewater and removal of odorous compounds by a Fenton-like process at the pilot scale. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 2006, 81, p. 1426-1432.

TEMMINK H., GROLLE K. Tertiary activated carbon treatment of paper and board industry wastewater. *Bioresource Technology*, 2005, 96, p. 1683-1689.

THOMAS O. *Métrologie des eaux résiduaires*. Liège, Belgique, Cebedoc, 1995, 192 p.

THOMAS O., CONSTANT D. Trends in optical monitoring. *Water Science and Technology*, 2004, 49(1), p. 1-8.

THOMPSON G., FORSTER C. Bulking in activated sludge plants treating paper mill wastewaters. *Water Research*, 2003, 37, p. 2636-2644.

THOMPSON G., SWAIN J., KAY M., FORSTER C.F. The treatment of pulp and paper mill effluent: a review. *Bioresource Technology*, 2001, 77, p. 275-286.

TOERBER E., PAULSON W. Comparison of completely mixed and plug flow biological systems. *Journal Water Pollution Control Federation.*, 1974, 46(8), p. 1995-2014.

VALLETTE P., de CHOUDENS C. *Le bois, la pâte, le papier*. 3^e éd., Echirolles, Centre Technique de l'Industrie des Papiers, 1992, 199 p.

VANROLLEGHEM P.A., LEE D.S. On-line monitoring equipment for wastewater treatment processes: state of the art. *Water Science and Technology*, 2003, 47(2), p.1-34.

VILLERMAUX J. *Génie de la réaction chimique : conception et fonctionnement des réacteurs*. Paris, Tec & Doc, Lavoisier, 1993, 448 p.

WEIJERS S. Modelling, identification and control of activated sludge plants for nitrogen removal. Th : Automatique, Technische Universiteit Eindhoven, The Netherlands, 2000, 235 p.

WEIJERS S.R., VANROLLEGHEM P.A. A procedure for selecting best identifiable parameters in calibrating activated sludge model no. 1 to full-scale plant data. *Water Science and Technology*, 1997, 36(5), p. 69-79.

WIDSTEN P., LAINE J, LAHTI T., FRAKI E. Seasonal variations in the composition and behavior in biological treatment of an effluent from an integrated pulp and paper mill. *Nordic Pulp and Paper Research Journal*, 2003, 18(2), p. 158-161.

WINKLER S., MULLER-RECHBERGER H., NOWAK O., WANDI G. A new approach towards modelling of the carbon degradation cycle at two-stage activated sludge plants. *Water Science and Technology*, 2001, 43(7), p. 19-27.

ZHANG Y., HYNNINEN P. Metal concentrations in some pulp and paper mill effluents before and after activated sludge treatment. *Paperi ja Puu – Paper and Timber*, 2000, 82(5), p.322-325.

ANNEXES

—

Annexe A

Techniques de mesures pour les procédés biologiques de traitement et protocoles opératoires utilisés sur le pilote

1. Techniques de mesure

1.1. La Demande Chimique en Oxygène (DCO)

Cette mesure a pour objet de quantifier l'ensemble des composés organiques, présents sous forme solide, colloïdale ou dissoute d'une eau résiduaire. Exprimée en $\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$, elle représente directement la quantité d'oxygène nécessaire pour oxyder complètement l'ensemble des composants oxydables présent dans l'échantillon, y compris la biomasse. Différentes méthodes ont été proposées depuis le 19^{ème} siècle, chacune ayant ses avantages et limites [Thomas, 1995].

Une méthode normalisée est actuellement disponible (méthode normalisée AFNOR, NF T 90-101). Cependant, la mise en œuvre est lourde et coûteuse et nécessite l'utilisation de réactifs dangereux pour le manipulateur et l'environnement (acide sulfurique, chlorure mercurique). Plusieurs méthodes alternatives ont été développées afin de diminuer ces contraintes : elles sont basées soit sur la réduction des volumes de réactifs et du temps de réaction [Ballinger *et al.*, 1982], soit sur l'utilisation de réactifs moins dangereux [Jirka and Carter, 1975]. La procédure est généralement simple et le dosage final se fait par spectrophotométrie afin d'accroître la sensibilité de la méthode. Aujourd'hui, la mesure de DCO est généralement réalisée à l'aide de tubes de réactifs préconditionnés, la manipulation est donc réduite au minimum, d'où un gain de temps.

1.2. La Demande Biochimique en Oxygène (DBO)

Le but de la DBO, exprimée en $\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$, est de mesurer la quantité de matière organique carbonée (et d'azote organique dans le cas d'un effluent urbain) pouvant être consommée par la biomasse dans un échantillon.

Le principe est de mesurer la quantité d'oxygène à apporter par litre d'effluent pour dégrader par voie biochimique la pollution initiale. La réaction se déroule pendant 5 jours à 20 °C et à l'obscurité pour la DBO_5 . Cette valeur donne accès à la partie rapidement biodégradable de la matière organique carbonée. En continuant la mesure au-delà de 5 jours, la partie lentement biodégradable de la matière organique carbonée va être prise en compte à son tour (figure A.1). On considère que la mesure obtenue au 21^{ème} jour prend en compte la totalité de la pollution présente dans l'échantillon.

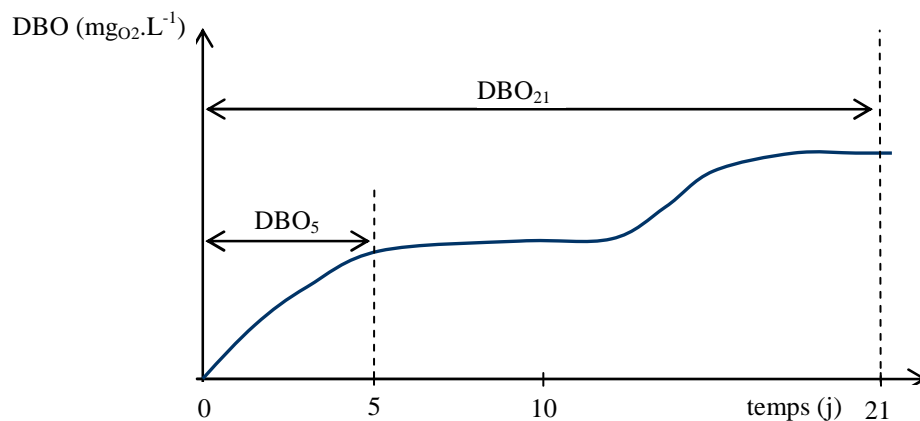


Figure A.1 : Evolution temporelle de la DBO.

La méthode normalisée (méthode normalisée AFNOR, NF T 90-103), établie en 1975, prévoit l'introduction, dans une eau de dilution saturée en oxygène, d'un volume d'échantillon tel que la consommation en oxygène au bout de cinq jours (à l'obscurité et à 20 °C) soit de l'ordre de 50 % de la teneur initiale. La DBO_5 est alors calculée à partir de la différence des concentrations initiales et finales et du facteur de dilution. Par son principe et son mode opératoire, de nombreuses critiques ont été émises du fait de l'impossibilité de suivre au cours du temps la concentration en oxygène mais aussi de la mauvaise reproductibilité et donc d'une mauvaise précision du résultat (de l'ordre de 20 %).

Du fait de l'importance de l'information apportée par cette mesure, certaines méthodes alternatives ont vu le jour, notamment au travers des techniques respirométriques, largement utilisées que ce soit dans le cadre industriel ou de la recherche. Des appareils ont ainsi été spécialement conçus pour la mesure de la DBO : ils mesurent l'évolution de la pression à l'intérieur d'un flacon contenant l'échantillon, cette évolution étant directement liée à la diminution de la concentration en oxygène. Certains biocapteurs commencent également à être développés [Rastogi *et al.*, 2003 ; Kwok *et al.*, 2005] mais les inconvénients associés (coût, entretien, faible durée de vie) limitent leur utilisation.

2.2. Les Matières En Suspension (MES)

Les MES représentent l'ensemble des matières solides contenues dans une eau usée et pouvant être retenues par filtration ou centrifugation. L'unité de cette mesure est le mg.L^{-1} .

Il existe deux grands types de mesure des MES :

- les méthodes gravimétriques résultant d'une séparation physique (filtration, centrifugation). Le principe est de calculer la masse de matière sèche obtenue après séparation et déshydratation à $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ d'un échantillon. Deux méthodes normalisées sont disponibles (méthode normalisée AFNOR, NF T 90-105), utilisant soit la centrifugation, soit la filtration sur disque en fibre de verre. La mise en œuvre des méthodes de filtration impose de trouver un compromis entre la précision de la mesure (masse minimale de solide à recueillir) et le risque de colmatage du filtre. De plus, le temps de réalisation est important ;
- les méthodes optiques, dont la mesure de turbidité. Les particules possèdent la propriété d'absorber tout rayonnement lumineux. L'absorbance alors mesurée dans ces conditions est fonction de la concentration en MES mais également de la nature et de la granulométrie des particules. Le principal problème de cette méthode est l'encrassement des fenêtres de la cellule de mesure.

2.3. Les Matières Volatiles Sèches (MVS)

La mesure des MVS permet de distinguer la partie organique des MES de la partie minérale. Les MVS ne représentent que les particules de biomasse, vivante ou morte, ainsi que certaines particules organiques n'intervenant pas dans le processus de dépollution. La procédure (méthode normalisée AFNOR, NF T 90-029) prévoit, après détermination des MES par l'une des mesures énoncées précédemment, une calcination des matières organiques dans un four à moufle à $550\text{ }^{\circ}\text{C}$. La différence de masse, exprimée en mg.L^{-1} , entre les MES et les matières résiduelles (minérales) représente les MVS.

2.4. Produits azotés

La mesure des produits azotés fait intervenir des méthodes beaucoup plus complexes et variées que les mesures précédentes.

Azote organique et azote ammoniacal

La mesure d'azote Kjeldahl regroupe ces deux composants, elle est réalisée en deux étapes : une première étape de minéralisation en milieu acide et à chaud, puis une seconde étape de détermination de l'azote ammoniacal formé.

Différentes méthodes existent pour réaliser la première étape :

- une méthode normalisée (méthode normalisée AFNOR, NF EN 25663), généralement utilisée, nécessitant un milieu sulfurique et la présence d'un catalyseur (sélénium) dont la durée peut atteindre plusieurs heures ;
- des méthodes alternatives basées sur la digestion par photodégradation UV en présence de persulfate, ou encore sur la microdigestion avec oxydation acide en présence d'eau oxygénée.

De même la seconde étape peut être effectuée par :

- méthodes normalisées : acidimétrique, colorimétrique (la plus utilisée) et donnant lieu à des tests en tubes, néphélométrique (mesure de l'intensité lumineuse à un certain angle d'un rayon issu de la diffusion d'un rayon initial par la particule) ;
- méthode électrochimique grâce à l'utilisation d'une électrode sélective, cette méthode est simple de mise en œuvre mais sensible à quelques interférents.

Nitrites et nitrates

Les ions nitrites sont très rarement mesurés étant donné leur faible concentration que ce soit dans l'eau résiduaire ou au cours des différentes étapes de traitement (forme temporaire entre l'azote ammoniacal et les nitrates). Par conséquent, peu de méthodes sont disponibles. Nous citerons toutefois la méthode normalisée (méthode normalisée AFNOR, NF EN 33395) basée sur la spectrophotométrie qui a également permis le développement de tests en tube.

Les ions nitrates peuvent être mesurés par de nombreuses méthodes. Nous ne citerons que les plus importantes qui sont basées sur :

- la spectrophotométrie : largement utilisée (méthodes normalisées AFNOR, NF T 90-045, NF EN 33395), a permis le développement de méthodes alternatives basées sur les tests en tube ;
- l'électrochimie : par l'utilisation d'électrodes.

3. Protocoles opératoires utilisés sur le pilote

Le choix des protocoles de mesures s'est basé sur le respect de trois contraintes principales :

- un temps opératoire faible et une mise en oeuvre simple ;
- l'utilisation de réactifs non dangereux ;
- l'utilisation de matériel opératoire déjà disponible ou de faible coût.

3.1. Protocole opératoire pour la mesure de la DCO_{totale}

Cette mesure est effectuée grâce à la méthode colorimétrique rapide. Cette méthode est plus simple que la méthode normalisée, comme expliqué au paragraphe 1.1, apportant de bons résultats tout en limitant les risques opératoires. L'échantillon réagit avec un fort agent oxydant, le dichromate de potassium. Le résultat est ensuite obtenu avec un spectrophotomètre Hach DR 2500 à 620 nm. Le réactif est fourni dans des tubes préconditionnés, la gamme 0-1500 mg.L⁻¹ a été choisie pour notre étude.

Protocole

1. Préparer le tube témoin en plaçant 2 mL d'eau distillée dans un tube.
2. Agiter le tube.
3. Mettre 2 mL d'échantillon dans un tube d'analyse neuf.
4. Agiter le tube.
5. Placer le tube de mesure et le tube zéro dans l'incubateur à 150 °C pendant 2 heures.
6. Effectuer le zéro sur le spectrophotomètre à l'aide du zéro.
7. Mesurer la DCO de l'échantillon.

Erreur relative estimée : ± 5 %

3.2. Protocole opératoire pour la mesure de la DCO_{soluble}

La mesure de la DCO_{soluble} s'effectue sur le même schéma que la mesure de DCO_{totale} avec une filtration préliminaire pour ne conserver que la partie soluble de l'échantillon.

Protocole

1. Filtrer un volume de 10 mL d'échantillon à l'aide d'un filtre en fibre de verre, de porosité 0,45 µm et de diamètre 47 mm.
2. Effectuer les étapes 1 à 7 du protocole de mesure de la DCO_{totale}

Erreur relative estimée : ± 5 %

3.3. Protocole opératoire pour la mesure de la DBO

Comme pour la mesure de DCO, une méthode alternative a été utilisée pour la mesure de DBO basée sur les techniques respirométriques. Le matériel *Oxytop* produit par WTW® constitué de bouteilles et de capuchons de mesure a été employé. Ce matériel réalise une acquisition de la mesure toutes les 24 heures pendant 5 jours ce qui permet de connaître l'évolution de la DBO. Au-delà de 5 jours, la valeur courante peut être lue à chaque instant mais aucune sauvegarde n'est réalisée. Grâce à ce système, la courbe de DBO peut être tracée jour après jour.

Afin d'obtenir un résultat le plus précis possible, la plage de mesure doit être préalablement choisie en fonction du résultat attendu (estimé à 80 % de la valeur de la DCO). Cette plage détermine le volume d'échantillon à placer dans la bouteille de mesure (tableau A.1). Ceci permet d'éviter des dilutions de l'échantillon initial. Le résultat final est alors obtenu en multipliant la valeur affichée par le système de mesure par le facteur correspondant au volume introduit initialement.

Volume réactionnel, $V_{\text{réactionnel}}$ (ml)	Gamme de mesure (mg/l)	Facteur
432	0 - 40	1
365	0 - 80	2
250	0 - 200	5
164	0 - 400	10
97	0 - 800	20
43.5	0 - 2000	50
22.7	0 - 4000	100

Tableau A.1 : Volume d'échantillon à utiliser en fonction de la gamme de mesure de DBO.

La mesure de DBO prend également en compte les nitrates et nitrites. Or, dans notre étude, leur concentration étant négligeable, nous n'avons pas introduits de produits limitants leur biodégradation.

Protocole

Pour les échantillons prélevés en sortie de réacteur et sur la boucle de recyclage (respectivement point ② et point ③ de la figure 3.14), une filtration préalable sur filtre en fibre de verre est nécessaire afin d'éliminer les MES. L'échantillon analysé est alors le filtrat.

1. Rincer la bouteille de mesure avec l'échantillon.
2. Introduire dans la bouteille 90 % du volume $V_{\text{réactionnel}}$ avec l'échantillon.
- 3.ensemencer en ajoutant 10 % du volume $V_{\text{réactionnel}}$ avec un échantillon d'eau épurée prélevé en sortie de (point ④, figure 3.14).
4. Placer un agitateur dans la bouteille.
5. Introduire un capuchon en caoutchouc contenant deux pastilles de soude.

6. Fermer la bouteille à l'aide du bouchon de mesure.
7. Placer la bouteille sur un « agitateur » à l'obscurité et à 20 °C (armoire DBO).
8. Lancer l'acquisition de la mesure ($DBO_{mesurée}$).

Erreur relative estimée : $\pm 20 \%$

Le protocole est mené en parallèle avec 100 % d'eau épurée ($DBO_{eau\ épurée}$). La valeur de DBO de l'échantillon est alors obtenue par :

$$DBO_{éch} = \frac{DBO_{mesurée} - 0,1 \cdot DBO_{eau\ épurée}}{0,9} \quad (\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}) \quad \text{Eq. A.1}$$

3.4. Protocole opératoire pour la mesure de MES

Le protocole choisi correspond à la méthode normalisée (NF T90-105, juin 1978).

Protocole

1. Peser un filtre en fibre de verre, de porosité 0,45 μm et de rayon 47 mm, préalablement passé à l'étuve.
2. Filtrer un volume de 20 mL d'échantillon.
3. Placer le filtre à l'étuve à 105 °C jusqu'à ce que la masse du filtre ne varie plus.

Erreur relative estimée : $\pm 10 \%$

La valeur de MES est alors obtenue en soustrayant le poids final au poids du filtre :

$$MES = \frac{\text{masse}_{final_MES} - \text{masse}_{filtre}}{\text{volume\ échantillon}} \quad (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}) \quad \text{Eq. A.2}$$

Lorsque la mesure de MES est prolongée d'une mesure de MVS, le volume d'échantillon est de 100 mL afin d'améliorer la précision de la mesure. La filtration d'un tel volume étant difficile, une phase de centrifugation préalable est nécessaire.

3.5. Protocole opératoire pour la mesure de MVS

La mesure de MVS prolonge celle de MES. Elle est obtenue par différence entre les MES et la masse de matière minérale récupérée après chauffage. Le protocole choisi correspond à la méthode normalisée (NF T90-105, juin 1978).

Protocole

A l'issue de la mesure de MES :

1. Placer le filtre dans un four à moufle à 550 °C jusqu'à ce que la masse du filtre ne varie plus.

Erreur relative estimée : ± 10 %

La valeur de MVS est alors obtenue en faisant le calcul :

$$MVS = MES - \frac{\text{masse}_{\text{final_MVS}} - \text{masse}_{\text{filtre}}}{\text{volume}_{\text{échantillon}}} \quad (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}) \quad \text{Eq. A.3}$$

3.6. Protocole opératoire pour la mesure d'azote ammoniacal

Comme dans le cas de la DCO, la concentration en azote ammoniacal d'un échantillon est mesurée grâce à une méthode colorimétrique. L'échantillon réagit ici avec du salicylate pour former du 5-aminosalicylate, qui est alors oxydé par du sodium nitroprusside. La présence d'azote ammoniacal est traduite par une couleur verte du liquide de réaction. Une mesure spectrophotométrique à une longueur d'onde de 655 nm apporte le résultat final.

Protocole

1. Préparer le tube témoin en plaçant 0,1 mL d'eau distillée dans un tube.
2. Ajouter 0,1 mL d'échantillon dans un tube neuf.
3. Ajouter 1 sachet prédosé d'ammonium salicylate dans chacun des tubes, puis 1 sachet prédosé d'ammonium cyanurate.
4. Agiter.
5. Attendre 20 mn de réaction.
6. Effectuer le zéro sur le spectrophotomètre à l'aide du tube témoin.
7. Effectuer la mesure.

Erreur relative estimée : ± 5 %

3.7. Protocole opératoire pour la mesure de nitrites

Une méthode colorimétrique est également employée ici. Les ions nitrites contenus dans l'échantillon réagissent en solution acide avec les amines primaires et aromatiques pour donner des sels diazonium. Ces derniers forment alors avec les composés aromatiques un colorant azoïque de couleur intense.

Protocole

1. Placer 4 mL d'échantillon dans un tube d'analyse neuf.
2. Visser immédiatement le bouchon vert (au lieu du bouchon bleu clair) sur le tube.
3. Mélanger le contenu du tube en le retournant plusieurs fois jusqu'à dissolution complète du réactif.
4. Après un délai de 10 min nécessaire à la réaction, agiter de nouveau le tube.
5. Effectuer le zéro sur le spectrophotomètre à l'aide du tube témoin
6. Effectuer la mesure

Erreur relative estimée : $\pm 5\%$

3.8. Protocole opératoire pour la mesure de nitrates

Comme dans le cas de la majorité de nos mesures, une méthode colorimétrique est utilisée. Les ions nitrates contenus dans l'échantillon réagissent avec de l'acide chromotrope dans des conditions acides fortes pour donner un produit jaune, l'absorbance maximale étant de 410 nm.

Protocole

1. Placer 1 mL d'échantillon dans un tube d'analyse neuf.
2. Fermer le tube et agiter en le retournant 10 fois.
3. Effectuer le zéro sur le spectrophotomètre à l'aide de ce tube.
4. Insérer un sachet de réactif en poudre dans le tube.
5. Après un délai de 5 min nécessaire à la réaction, effectuer la mesure.

Erreur relative estimée : $\pm 5\%$

3.9. Protocole opératoire pour la mesure de l'indice de Molhman**Protocole**

1. Placer 1 L d'échantillon homogénéisé dans une éprouvette graduée.
2. Attendre 30 mn.
3. Relever le volume occupé par les boues.

L'indice de Molhman est alors donné par :

$$IM = \frac{\text{volume}_{\text{boues}}}{MES_{\text{échantillon}}} \quad (\text{mL.g}^{-1}) \quad \text{Eq. A.4}$$

Annexe B

Présentation des Papeteries de Lancey : de la chaîne de fabrication du papier à la station de traitement de l'effluent

Les Papeteries de Lancey constituent l'une des principales industries papetières du bassin grenoblois. L'usine de Lancey se distingue en étant le seul fabricant indépendant de papier couché en France. Employant plus de 300 personnes, elle assure une production de 120000 tonnes de papier couché par an. Nous allons présenter ici les différentes étapes de la chaîne de production ainsi que la station permettant de traiter les effluents.

1. La chaîne de fabrication

1.1 La fabrication de pâte

L'atelier de fabrication de pâte mécanique assure la production annuelle de 20000 tonnes de pâte à partir de 80000 stères de rondins de résineux blancs. Une première étape d'écorçage permet de préparer les rondins pour la râperie, les écorces étant valorisées en compostage. Les rondins sont alors défibrés sur des meules afin de produire la pâte brute. Celle-ci est alors classée, épurée, épaissie avant d'être blanchie à l'eau oxygénée. A cette pâte mécanique qui apporte la main et l'opacité au papier est ajoutée de la pâte chimique pour la blancheur et la résistance.

1.2 La fabrication du papier

Le papier fabriqué aux Papeteries de Lancey est du papier double couche, brillant, semi-mat et mat dont le grammage varie de 90 à 220 g/m². La figure B.1 présente la chaîne de fabrication du papier. La machine a une longueur de 110 m, une laize de 3,94 m et une vitesse maximale d'entraînement de 870 m.min⁻¹. Nous retrouvons les principales étapes présentées dans le paragraphe

1.2.1 du chapitre 1 : la caisse de tête envoie la pâte sur la toile de la table de formation (longueur de 30 m), une partie de l'eau est alors extraite par gravité ou aspiration. La feuille de papier traverse ensuite l'atelier des presses dans lequel le papier est écrasé entre des rouleaux entourés de feutres ce qui favorise l'élimination de l'eau. La sécherie constitue la dernière étape de la chaîne de fabrication classique du papier. Viennent ensuite s'ajouter les étapes de précouchage et de couchage qui consistent à enduire la feuille d'une sauce. Deux couches sont alors appliquées et séchées par Infra-Rouge. Le papier est ensuite enroulé en bobine-mère par l'enrouleuse.

Des scanners placés au cours de la chaîne de fabrication permettent de vérifier la qualité du papier produit (épaisseur, humidité) et de réguler différents actionneurs de la chaîne, notamment au niveau de l'application de la pâte en tête de chaîne.

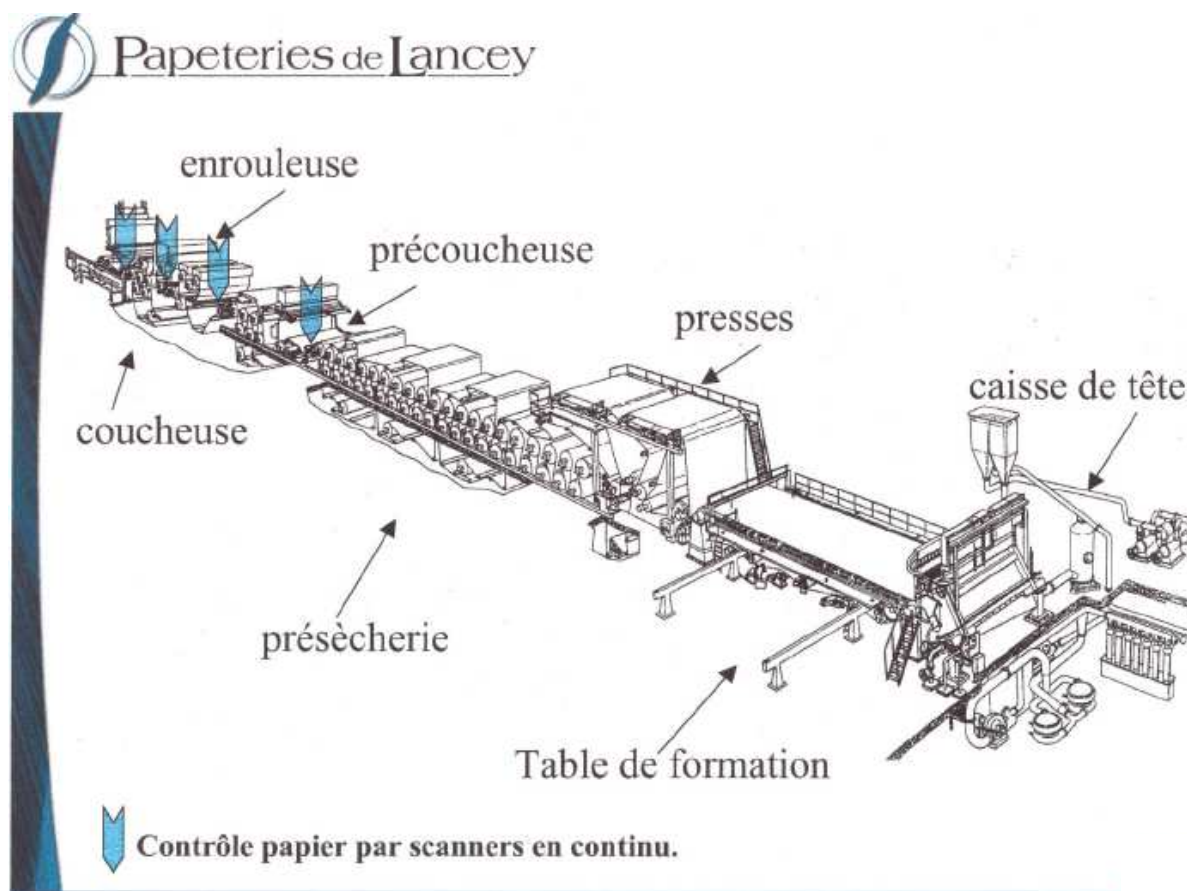


Figure B.1 : Schéma de la chaîne de fabrication du papier.

Au cours de la chaîne de fabrication, une importante quantité d'eau est récupérée. Une partie est recyclée au sein de la chaîne de fabrication principalement pour la préparation de la suspension fibreuse, l'autre partie est envoyée vers la station de traitement (figure B.2).

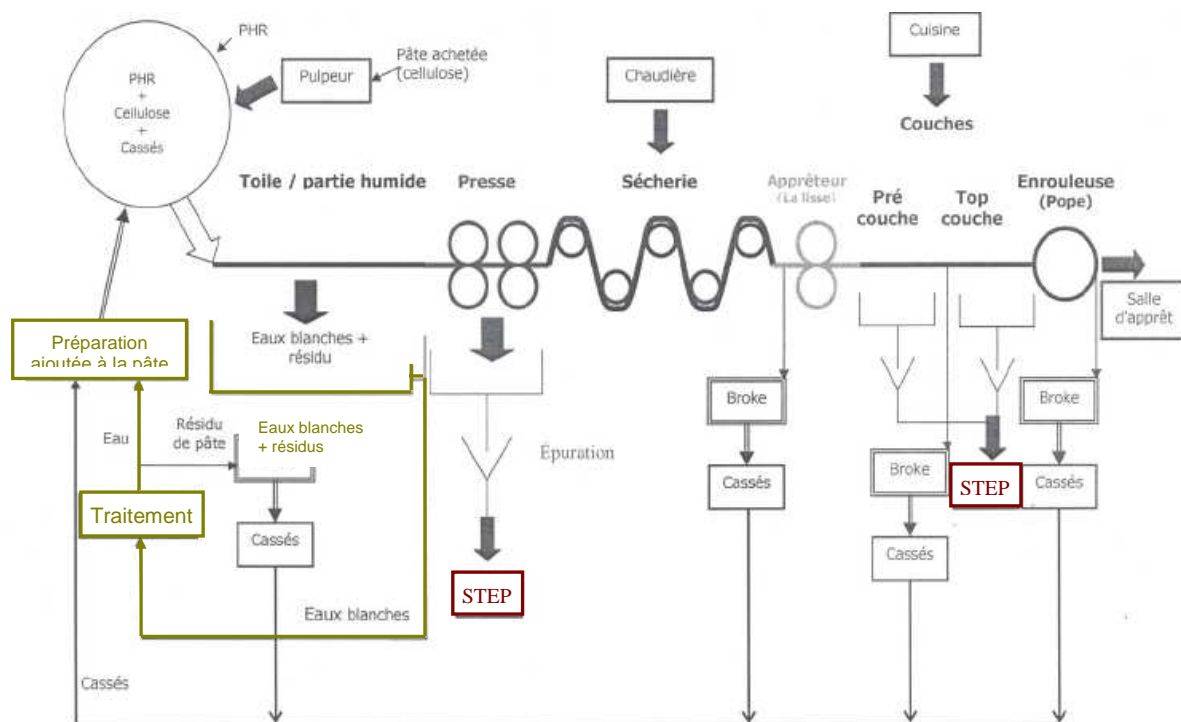


Figure B.2 : Devenir des eaux blanches et provenance de l'effluent .

1.3 La salle d'apprêt

L'aspect du papier est donné au niveau de la salle d'apprêt par un système de calandres qui consiste à lustrer le papier à chaud afin de le rendre brillant. La bobine-mère est ensuite découpée en bobines de largeur réduite afin de conditionner le papier pour l'expédition.

2. La station de traitement de l'effluent

La station de traitement reçoit les effluents issus de la râperie (atelier de fabrication de la pâte mécanique) et de la machine à papier. Elle est composée d'une phase de traitement primaire physico-chimique, suivie d'une phase de traitement secondaire biologique puis du traitement des boues.

Les caractéristiques de chaque phase sont représentées sur les figures B.3et B.4.

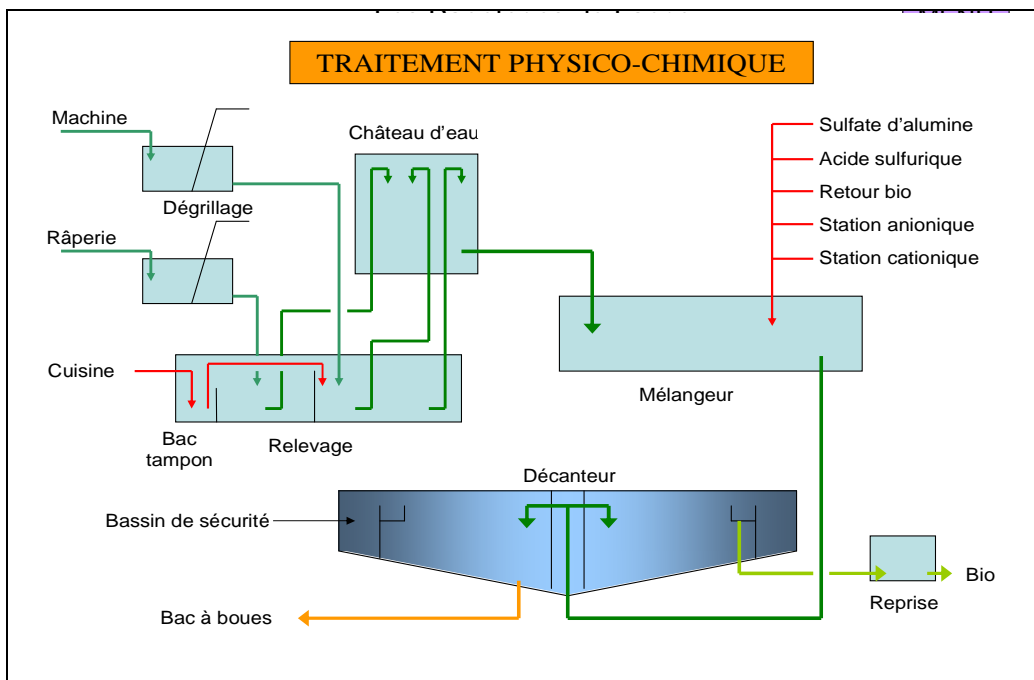


Figure B.3 : Schéma du traitement primaire physico-chimique.

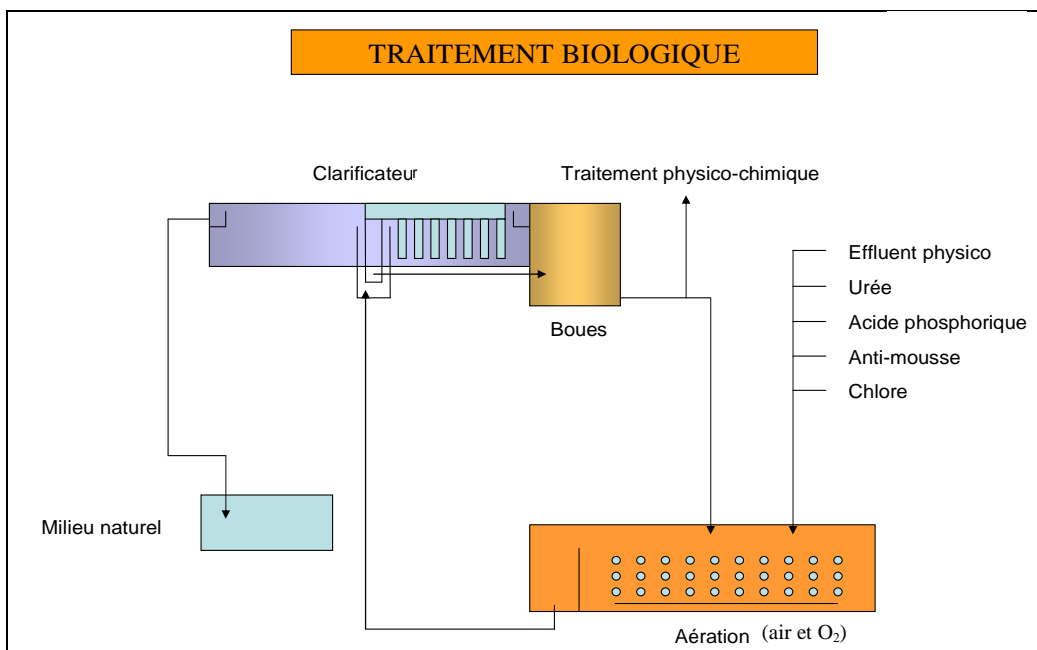


Figure B.4 : Schéma du traitement secondaire.

Les données caractéristiques de l'effluent à chaque phase de traitement sont présentées sur la figure B.5.

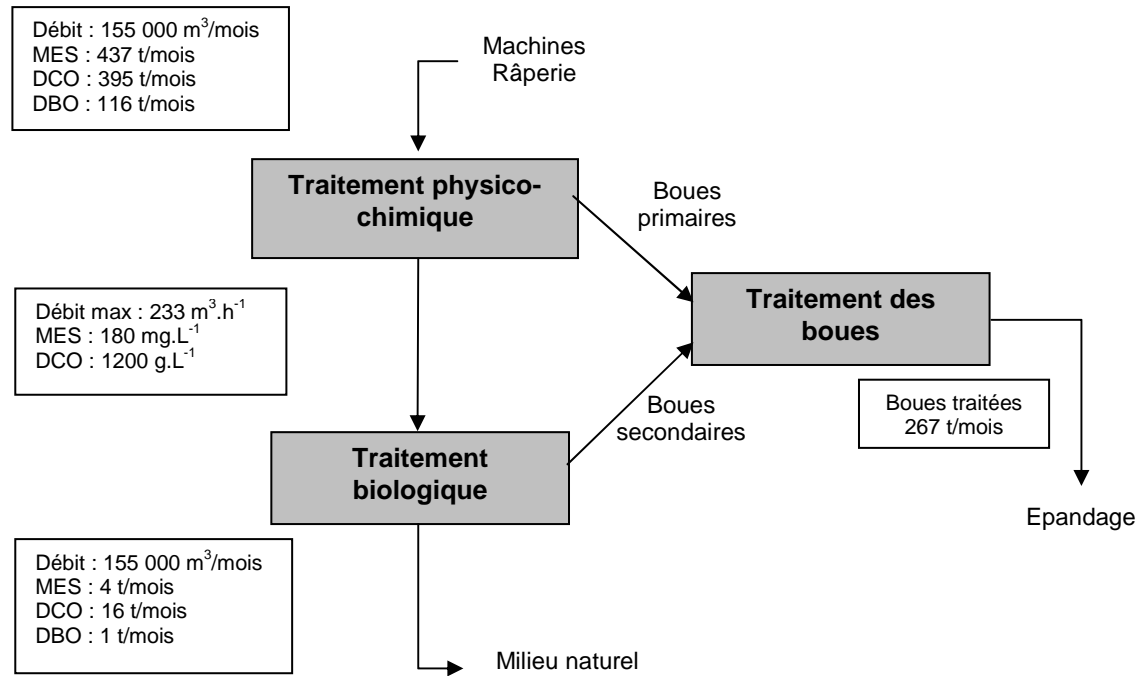


Figure B.5 : Caractéristiques de la STEP de Lancey et de son effluent (données 2004).

Annexe C

Proposition d'un observateur des états non mesurés

Le développement proposé dans cette annexe a été réalisé dans un premier temps sur la base de données urbaine et le modèle réduit papetier (développé dans le chapitre 2) étant donné l'absence de base de données papetière. Toutefois, l'adaptation au cadre papetier pourra s'effectuer en adoptant la même démarche de calibration des paramètres de l'observateur, calibration qui sera probablement facilitée du fait d'un faible nombre de variables d'état.

I. Introduction

Une étude comparative des deux observateurs les plus couramment utilisés pour les procédés à boues activées, à savoir l'observateur asymptotique [Bastin et Dochain, 1990] et le filtre de Kalman étendu, a été menée par [Cadet et Plouzenec, 2003] dans des travaux antérieurs. Les conclusions obtenues sont les suivantes :

- l'observateur asymptotique, dédié aux procédés biologiques, permet de s'affranchir de la connaissance des cinétiques biologiques, ce qui est un réel avantage car les paramètres de celles-ci et leur structure sont généralement difficiles à identifier. Cependant, son principal inconvénient provient de la nécessité d'avoir un nombre de mesures supérieur ou égal au nombre de cinétiques pour assurer la convergence du résultat. Dans notre étude, cinq cinétiques biologiques doivent être prises en considération pour assurer la pertinence du résultat vis-à-vis de l'objectif d'application. Pour respecter la contrainte, il faudrait donc avoir au minimum cinq mesures, ce qui est égal au nombre de variables d'état. Cette méthode d'observation n'est donc pas adaptée à notre modèle ;
- le filtre de Kalman étendu a permis d'obtenir des résultats plus satisfaisants. Mais la principale limitation de cette méthode est que la linéarisation du modèle en chaque instant peut compromettre la convergence du résultat vers les mesures réelles.

C'est pour ces raisons que nous nous sommes tournés vers une autre méthode d'estimation, l'approche de l'observateur à horizon glissant, qui a été appliquée avec succès sur différents procédés biologiques [Bogaerts et Hanus, 2001 ; Raïssi *et al.*, 2005]. Cette approche est basée sur la

minimisation de l'erreur de prédiction de la sortie le long d'un horizon passé. Le principal intérêt réside dans l'indépendance avec la structure du modèle. Par ailleurs, cette méthode est robuste aux erreurs de modélisation et au bruit de mesure.

Dans le cas des procédés linéaires, une approche intéressante est proposée par [Rao *et al.*, 2001]. Pour le cas non-linéaire, l'approche de l'observateur à horizon glissant améliore le résultat d'estimation vis-à-vis du Filtre de Kalman Etendu, au détriment du coût de calcul [Haseltine et Rawlings, 2005]. Cet inconvénient restreint l'application aux procédés ayant peu de variables d'état [Cadet *et al.*, 1999], ce qui n'est pas le cas des procédés à boues activées.

Par conséquent, nous allons utiliser l'approche développée par [Alamir, 1999] qui est basée sur le principe de la méthode d'optimisation à directions de descente mais sans utilisation directe d'algorithme d'optimisation ni de Hessien. La convergence de cet observateur est mathématiquement prouvée sous certaines hypothèses.

2. Principe

2.1 Principe général

Soit le modèle non-linéaire :

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = f(x(t)) \\ y(t) = h(x(t)) \end{cases} \quad \text{Eq. C.1}$$

où $x \in \mathfrak{R}^n$ est le vecteur d'état.

$y \in \mathfrak{R}^p$ est le vecteur de sortie.

Les fonctions f et h sont supposées continûment différentiables.

Cette approche transforme l'estimation d'état d'un système dynamique en une optimisation statique à pas unique d'un problème actualisé à chaque instant de mesure. Le nouveau problème est donc d'estimer la condition initiale $z(t-T)$ qui a amené le procédé à l'état présent $x(t)$ depuis le début de l'horizon $(t-T)$ en tenant compte des mesures (variables de sortie) (figure C.1).

Le critère à minimiser est donné par :

$$J(t) = \int_{t-T}^t \left(y_{\text{mes}}(\tau) - \hat{y}(\tau) \Big|_{z(t-\tau)} \right)^2 d\tau \quad \text{Eq. C.2}$$

où y_{mes} est le vecteur de sortie mesuré du modèle.

\hat{y} est le vecteur de sortie estimé.

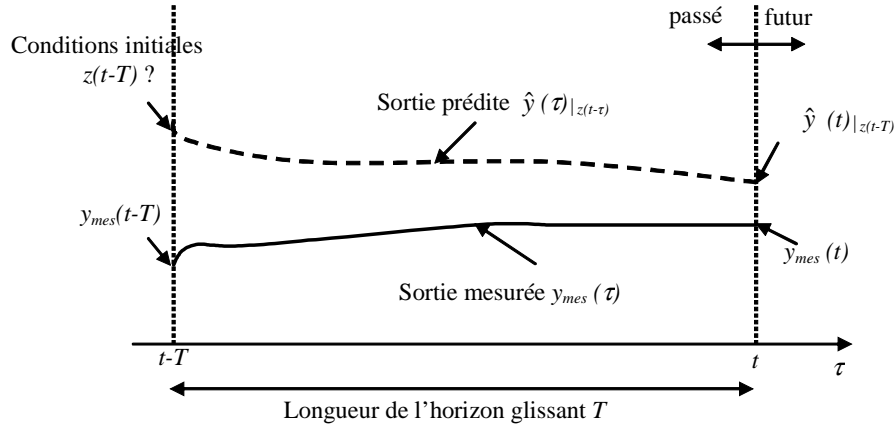


Figure C.1 : Principe de l'observateur à horizon glissant.

Le vecteur $z(t-T)$ est ajusté en résolvant le modèle d'équation C.1 auquel un terme de correction a été ajouté :

$$\begin{cases} \dot{z}(t-T) = f(z(t-T)) - \gamma G(t)^T [G(t)G(t)^T]^{-1} \sqrt{J(t)} \\ \dot{\hat{x}}(t) = f(\hat{x}(t))|_{z(t-T)} \end{cases} \quad \text{Eq. C.3}$$

où $G(t) = \frac{\partial J(t)}{\partial z}$

2.2 La post-stabilisation

Afin de réduire le coût de calcul tout en conservant une précision finale satisfaisante, une nouvelle démarche d'estimation est proposée [Alamir, 1999] ne mettant à jour le critère et son gradient qu'à une période d'échantillonnage k . De cette manière, le nombre de calcul de J et G en est fortement réduit.

L'algorithme se déroule en deux étapes principales :

1. Calcul de l'état \tilde{z}_{n+1}^p en intégrant l'équation ci-dessous entre t_n et t_{n+1} :
- 2.

$$\dot{z}(t) = f(z(t)) - \gamma G^T(t_n) [G(t_n)G^T(t_n)]^{-1} \sqrt{J(t_n)} \quad \text{Eq. C.4}$$

où $J(t_n)$ est le critère calculé entre le début de l'horizon et l'instant t_n .

3. Calcul de l'état estimé par l'observateur z_{n+1} en ajoutant un terme de correction à \tilde{z}_{n+1}^p , dépendant du critère et de son gradient réactualisés :
- 4.

$$z_{n+1} = \tilde{z}_{n+1}^p - \tilde{G}^T(t_{n+1}) [\tilde{G}^T(t_{n+1}) \tilde{G}^T(t_{n+1})]^{-1} \tilde{J}(t_{n+1}) \quad \text{Eq. C.5}$$

où $\tilde{J}(t_{n+1})$ est le critère calculé entre le début de l'horizon et l'instant t_{n+1} avec $\hat{y}(t_{n+1}) = \tilde{z}_{n+1}^p$.

3. Implémentation

Choix des variables d'état mesurées

Le choix des variables d'état mesurées a été fait de manière la plus réaliste possible. La complexité du comportement de l'azote ammoniacal (S_{NH}) et des nitrates-nitrites (S_{NO}) associé à l'existence de capteurs en ligne a entraîné le choix de ces deux variables comme états mesurés. La matière carbonée (XS_S) au sein du compartiment aérobie est supposée mesurée également grâce à la mesure de DCO en sortie du clarificateur. Trois variables d'état sur dix sont par conséquent mesurées.

Discrétisation du critère

Etant donné le caractère échantillonné de l'information, le critère (Eq. C.2) a été échantillonné :

$$J(t_n) = \sum_{i=t_n-T}^{t_n} \left(y_{mes}(i) - \hat{y}(i) \Big|_{z(t_n-T)} \right)^2 \quad \text{Eq. C.6}$$

Ceci n'implique aucune autre modification sur l'algorithme.

Ajustement des paramètres de l'observateur

Seuls deux paramètres doivent être ajustés :

- la longueur de l'horizon (T) pour lequel un compromis délicat doit être fait : la longueur ne doit pas être plus importante que le temps de réponse du procédé sous risque que l'état estimé atteigne un point d'équilibre qui ne correspond pas à l'état à estimer ; mais elle ne doit pas être trop courte afin d'obtenir suffisamment d'informations. Etant donné la périodicité de 15 min de la base de données du modèle de référence, nous avons choisi, à l'issue de plusieurs tests, un horizon contenant quatre points, soit $T = 1$ heure ;
- le gain de l'observateur (γ), fixant la rapidité de convergence de l'algorithme. La valeur doit être suffisamment grande pour que l'observateur se comporte différemment du modèle mais pas trop afin de ne pas avoir de trop grandes variations sur le résultat. Ce paramètre a été ajusté en réalisant des variations sur les conditions initiales.

Remarque : étant donné le délai de 3 heures pour l'obtention d'une mesure de DCO, l'état du procédé sera connu avec 3 heures de retard. Toutefois, ce délai est bien plus court que celui imposé par la mesure traditionnelle des MVS notamment ou de la DBO_5 .

4. Résultats

Afin de tester les performances de l'observateur, le rôle du procédé réel a été joué par le modèle réduit, partiellement modifié pour simuler une différence de conditions opératoires [Bassompierre *et al.*, 2006b]. Les entrées de l'observateur sont données par la base de données *beau_entrée* du modèle de référence.

La figure C.2 présente l'évolution des variables d'état en sortie de compartiment aérobie. L'observateur est tout d'abord initialisé à 80% de la valeur du point d'équilibre afin de mettre en évidence la vitesse de convergence. A partir de l'instant 0,22 j, certains paramètres cinétiques du modèle (modèle permettant d'obtenir les mesures) sont augmentés de 25% par rapport à leur valeur nominale. Cette action peut simuler par exemple une élévation de la température et donc une modification du métabolisme de la biomasse. La matière organique X_{S_S} , variable d'état mesurée, est parfaitement estimée. Les biomasses X_{BH} et X_{BA} , malgré une vitesse de convergence relativement lente, sont très bien estimées elles aussi. En ce qui concerne les fractions azotées S_{NO} et S_{NH} , l'efficacité de l'observateur est bien visible : l'estimation est globalement proche des mesures. Ces résultats de simulation montre que l'observateur est capable de compenser les erreurs d'initialisation et permet d'estimer les variables d'état non mesurées.

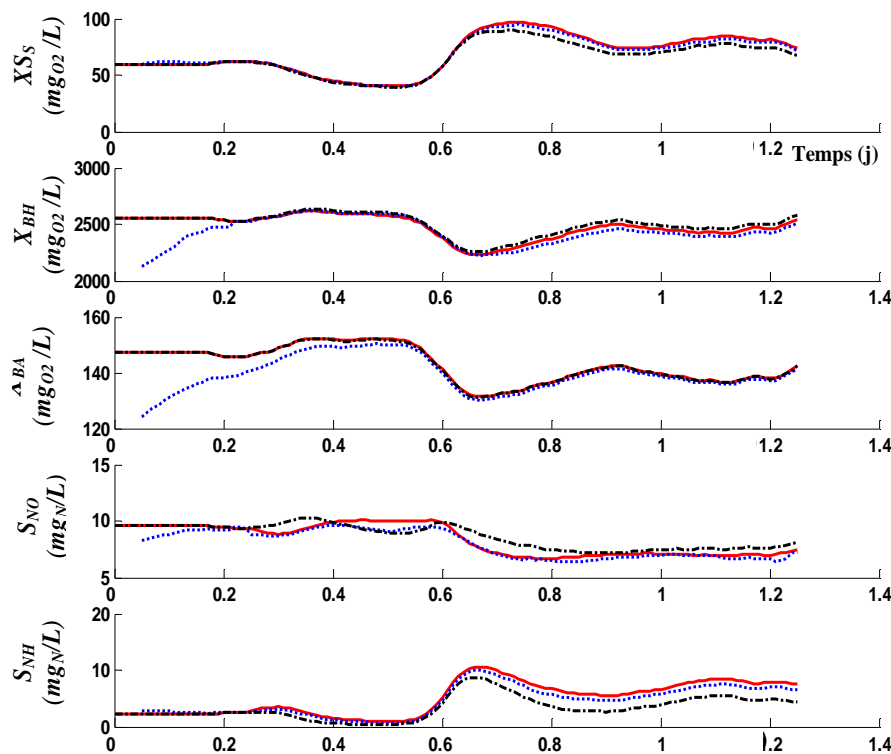


Figure C.2 : Convergence de l'observateur en phase aérobie – trait plein : variables d'état réelles, tirets : modèle réduit seul, pointillé : variables d'état estimées.

Nous allons à présent valider ces résultats sur le simulateur du modèle de référence, jouant alors le rôle du procédé réel, pour les base de données $orage_{réacteur}$ et $pluie_{réacteur}$. La figure C.3 présente l'ensemble des variables d'état estimées sur la base de données $pluie_{réacteur}$. Les résultats de simulation montrent que l'observateur à horizon glissant apporte une estimation précise des états du procédé. Même si de légers biais sont visibles sur certaines variables d'état telles que X_{BH} , la dynamique est respectée avec une très bonne précision pour l'ensemble des variables d'état. Le bruit présent sur la variable d'état S_{NO_ae} peut être expliqué par un gain γ associé élevé.

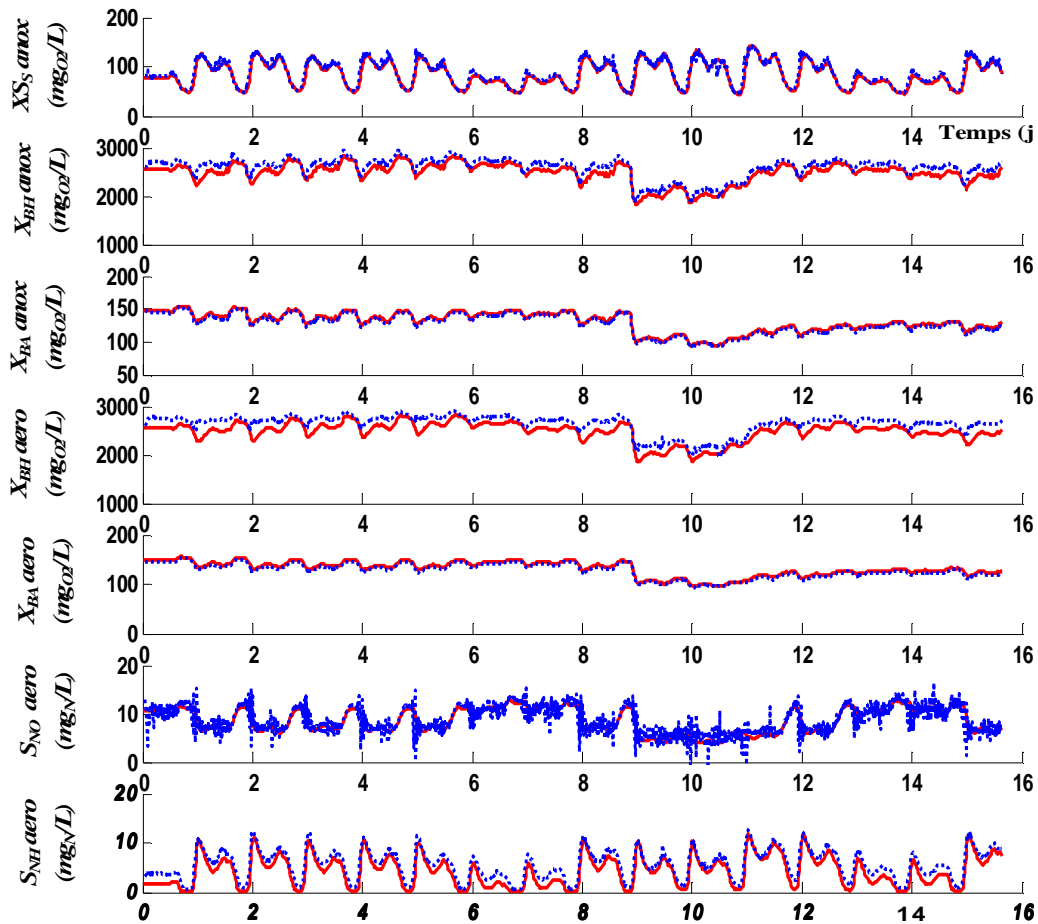


Figure C.3 : Validation de l'observateur sur la base de données $pluie_{réacteur}$ (trait plein : variables d'état réelles, pointillé : variables d'état estimées).

Ces résultats sont donc tout à fait encourageants : ils permettent de valider le choix de cette méthode d'estimation de variables d'état, simple à mettre en œuvre, et concluante.

Annexe D

Ecriture des modèles réduits sous forme matricielle

1. Modèle réduit urbain

Compartiment anoxique

		$X_{S_{anox}}$	$X_{BH_{anox}}$	$X_{BA_{anox}}$	$S_{NO_{anox}}$	$S_{NH_{anox}}$	Cinétique ρ_i
2	Croissance anoxique hétérotrophe (dénitrification)	$-\frac{1}{Y_H}$	1		$-\left(\frac{1-Y_H}{2,86.Y_H}\right)$	$-i_{XB}$	$\mu_H \cdot \frac{X_{S_S}}{K_{X_S} + X_{S_S}} \cdot \frac{S_{NO}}{K_{NO} + S_{NO}} \cdot X_{BH}$
4	Mort hétérotrophe	$1 - f_p$	-1				$b_H \cdot X_{BH}$
5	Mort autotrophe	$1 - f_p$		-1			$b_A \cdot X_{BA}$

Compartiment aérobie

		XS_{S_aero}	X_{BH_aero}	X_{BA_aero}	S_{NO_aero}	S_{NH_aero}	Process rate ρ_i
1	Croissance aérobie hétérotrophe (oxydation de la matière carbonée)	$-\frac{1}{Y_H}$	1			$-i_{XB}$	$\mu_H \cdot \frac{XS_S}{K_{XS} + XS_S} \cdot X_{BH}$
3	Croissance aérobie autotrophe (nitrification)			1	$\frac{1}{Y_A}$	$-\left(i_{XB} + \frac{1}{Y_A}\right)$	$\mu_{A_aero} \cdot \frac{S_O}{K_{OH} + S_O} \cdot \frac{S_N}{K_N + S_N} X_{BA}$
4	Mort hétérotrophe	$1 - f_p$	-1				$b_H \cdot X_{BH}$
5	Mort autotrophe	$1 - f_p$		-1			$b_A \cdot X_{BA}$

2. Modèle réduit papetier

		XS_S	X_{BH}	S_{NH}	S_O	Cinétique ρ_i
1	Croissance aérobie hétérotrophe (oxydation de la matière carbonée)	$-\frac{1}{Y_H}$	1	$-i_{XB}$	$-\left(\frac{1 - Y_H}{Y_H}\right)$	$\mu_H \cdot \frac{XS_S}{K_S + XS_S} \cdot \frac{S_{NH}}{K_{NH} + S_{NH}} \cdot \frac{S_O}{K_{OH} + S_O} \cdot X_{BH}$
4	Mort hétérotrophe	$1 - f_p$	-1			$b_H \cdot X_{BH}$
5	Mort autotrophe	$1 - f_p$				$b_A \cdot X_{BA}$

Annexe E

L'analyse en composantes principales

L'analyse en composantes principales (ACP) est une technique d'analyse statistique conçue par Karl Pearson en 1901. C'est une méthode utilisée pour déceler des liens entre variables dans un ensemble de données multidimensionnelles afin de comprendre leurs interactions et faciliter leur étude. Une étude détaillée de l'ACP est présentée dans [Lebart et al., 1995; Escofier et Pagès, 1998; Morineau et Aluja-Banet, 2003].

1. Le principe de l'analyse en composantes principales

Pour expliquer le principe de l'ACP, nous allons supposer qu'on dispose d'un ensemble de données constitué de n points représentés dans un espace à p dimensions. L'objectif de cette technique est d'avoir une image ou une représentation de ces points dans un espace plus facile à visualiser avec une perte minimale d'information. Les n points sont appelés individus et les p dimensions variables. Ces dernières représentent les différentes variables qui composent un vecteur d'état par exemple, les individus correspondent aux mesures disponibles pour chacune des variables.

Pour pouvoir appliquer la technique de l'ACP, les variables ne doivent pas être indépendantes les unes des autres. En d'autres termes, le nombre de variables sera réduit au nombre minimum possible des composantes principales qui maintient l'information essentielle de l'ensemble original des données. Les composantes principales seront alors des combinaisons linéaires des variables initiales. Le problème est donc de trouver les composantes les plus représentatives de l'ensemble des données.

2. Formulation mathématique

Les données qui sont analysées par cette approche doivent être stockées dans une matrice de données, notée Γ . Les p variables sont représentées en colonnes et les n individus en lignes. Les éléments de la matrice correspondent aux valeurs prises par chaque variable, pour chaque individu. Ceci est illustré par l'expression suivante :

$$\Gamma = \begin{bmatrix} \Gamma_{11} & \cdots & \Gamma_{1p} \\ \vdots & \Gamma_{ij} & \vdots \\ \Gamma_{n1} & \cdots & \Gamma_{np} \end{bmatrix} \quad \text{Eq. E.1}$$

Un pré-traitement des données, qui consiste à normaliser les éléments de la matrice Γ , doit être réalisé pour réduire l'effet des variations d'échelle entre les variables. Pour cela, chaque élément de la matrice Γ est modifié et stocké dans une nouvelle matrice appelée matrice normalisée ou matrice centrée réduite, notée Γ_n . L'élément ij de cette matrice est calculé par l'expression :

$$\Gamma_{n_{ij}} = \frac{\Gamma_{ij} - \bar{v}_j}{\sigma(\bar{v}_j)} \quad \text{Eq. E.2}$$

où \bar{v}_j est la moyenne de la variable j et $\sigma(\bar{v}_j)$ l'écart type de la variable j .

L'étape suivante est de calculer la matrice de covariance, notée Γ_{ncov} , des éléments de Γ_n puis la matrice de corrélations, notée Γ_ρ . L'élément ij de cette dernière est calculé par l'expression :

$$\Gamma_{\rho_{ij}} = \frac{\Gamma_{ncov_{ij}}}{\sqrt{\Gamma_{ncov_{ii}} \cdot \Gamma_{ncov_{jj}}}} \quad \text{Eq. E.3}$$

Ensuite, les vecteurs propres de Γ_ρ sont calculés et classés dans l'ordre décroissant de leurs valeurs propres associées pour construire ainsi la matrice \mathcal{V} .

Enfin, la matrice des composantes principales M_{cp} est déduite à partir de la matrice normalisée et de la matrice des vecteurs propres :

$$M_{cp} = \Gamma_n \cdot \mathcal{V} \quad \text{Eq. E.4}$$

La matrice des composantes principales est donc celle qui contient les coordonnées des individus dans l'espace formé par les composantes principales.

Par ailleurs, la quantité totale d'information sur le modèle peut être définie par la somme des valeurs propres associées à la matrice Γ_ρ . Il est donc possible de déterminer la proportion d'information du modèle apportée par chaque composante principale grâce à l'expression :

$$\% \text{ d'information de la composante } k = \frac{100 \times \text{valeur propre associée à } k}{\sum \text{valeur propre}} \quad \text{Eq. E.5}$$

3. Représentation graphique

Le rôle de cette étape est de présenter les résultats de l'analyse d'une manière graphique en un plan à deux ou à plusieurs axes, selon le nombre des composantes principales. Dans de nombreux cas, deux dimensions sont suffisantes pour représenter la totalité de l'information. Dans les représentations graphiques, les composantes principales sont donc assimilées aux axes. Ainsi, pour une représentation des données dans un espace à deux dimensions, l'axe des abscisses représentera la première composante principale (celle qui explique la plus grande partie de l'information d'origine) et l'axe des ordonnées sera la deuxième composante principale (celle qui explique la plus grande partie de l'information restante).

Deux représentations graphiques sont possibles lors de l'ACP : le diagramme de dispersion et le cercle de corrélations. Dans le diagramme de dispersion, l'intérêt est focalisé sur les individus. En effet, ces derniers sont représentés sous forme de nuages de points dans des plans à deux ou trois dimensions (deux ou trois composantes principales). Le diagramme de dispersion permet de montrer comment chaque individu est situé par rapport aux composantes principales. De cette manière les cas isolés peuvent être identifiés. La figure E.1 illustre un diagramme de dispersion.

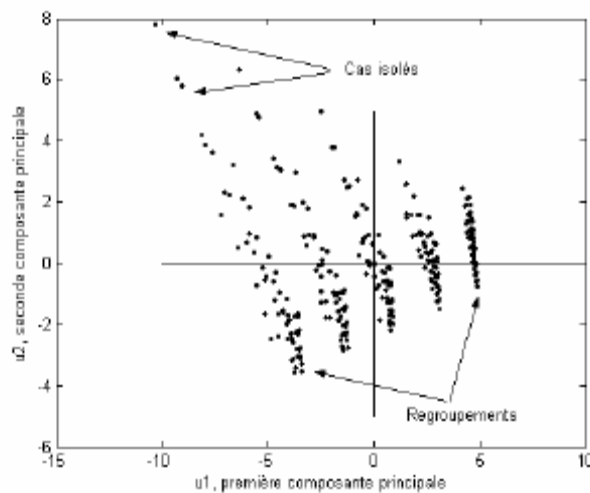


Figure E.1 : Exemple de diagramme de dispersion.

En revanche, le cercle de corrélation s'intéresse à la représentation des variables dans des plans à deux dimensions avec un cercle de rayon 1 qui permet une meilleure interprétation des résultats. L'objectif du cercle de corrélation est de rendre plus aisée la visualisation des relations existant entre les variables de l'ensemble de données afin de savoir quelle composante principale peut mieux expliquer ces relations. Le cercle de corrélation est illustré par la figure E.2.

La manière d'établir des conclusions à partir du diagramme de dispersion et du cercle de corrélation se fait suivant certaines règles d'interprétation qui seront détaillées dans le paragraphe suivant.

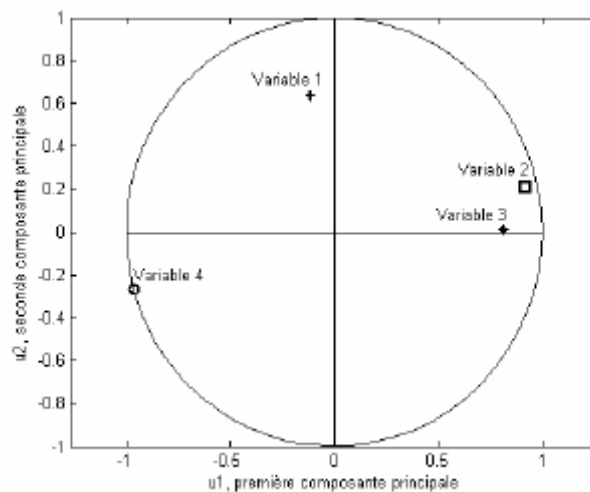


Figure E.2 : Exemple d'un cercle de corrélation.

4. Interprétation des résultats

La dernière partie de l'analyse en composantes principales est l'interprétation des représentations graphiques résultantes. Il s'agit de donner un sens aux graphiques en fonction de l'information d'origine afin de déterminer la nature des relations entre individus exprimées dans le diagramme de dispersion et entre variables données par le cercle de corrélation. Ainsi, pour l'interprétation des résultats, des méthodes empiriques, numériques ou de complément peuvent être évoquées. Dans la plupart des cas, les méthodes empiriques sont privilégiées car ces méthodes permettent de donner un sens réel aux résultats basés sur la connaissance de l'information d'origine. Ces méthodes se basent sur l'observation des graphiques. Les trois principales règles d'interprétation empirique sont alors :

1. Plus une variable est proche de la périphérie du cercle et d'un des axes (plus sa coordonnée sur cet axe est proche de 1 ou -1), plus elle est corrélée à cet axe (plus cette composante principale explique cette variable).
2. Plus deux variables ou individus sont proches sur le graphe, plus leur lien est fort.

3. Plus un ensemble d'individus est proche plus ces individus ont des caractéristiques similaires.

Dans l'exemple de la figure C.2, les variables 2 et 3 sont fortement corrélées car elles sont très proches l'une de l'autre. De plus, elles sont bien décrites par la première composante principale car elles sont très proches de l'axe des abscisses. Par contre, la variable 1 n'est pas corrélée avec les autres variables, mais elle est bien décrite par la deuxième composante principale car elle est très proche de l'axe des ordonnées. Pour sa part, la variable 4 est décrite par la première composante principale. Cette variable n'est pas non plus corrélée avec les autres variables mais elle est anticorrélée avec les variables 2 et 3.

Annexe F

Caractéristiques du pilote

1. Dimensionnement

1.1 Système de réchauffage de l'effluent

Le dimensionnement des réchauffeurs installés dans le bassin tampon a été réalisé avec les hypothèses suivantes :

- effluent à réchauffer : eau ;
- bassin tampon : Réacteur Parfaitement Agité Continu Adiabatique.

Un bilan enthalpique sur le bassin tampon en régime en permanent conduit à l'expression de puissance absorbée par l'effluent selon :

$$P_{\text{absorbée}} = Q_m C_p (T_s - T_e) \quad \text{Eq. F.1}$$

où Q_m ($\text{kg}\cdot\text{s}^{-1}$) le débit massique de l'effluent

C_p la capacité calorifique de l'eau supposée constante = $4180 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{°C}^{-1}$

T_s et T_e , respectivement la température de sortie et d'entrée du bassin tampon (°C)

Ainsi, en considérant le débit maximal pouvant traverser le bassin tampon, $62,5 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$, et une augmentation de température de 6°C à 30°C , la puissance à fournir à l'effluent serait de 1740 W .

Dans un premier temps, compte tenu des contraintes d'encombrement, nous avons choisi trois thermoplongeurs de 100 W chacun qui étaient suffisants pour travailler dans les conditions nominales du pilote, à savoir $12,7 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$ et une température de 20°C .

1.2. Système d'aération

Les besoins en oxygène des bactéries pour l'élimination de la matière polluante se décomposent en :

- besoin nécessaire à la synthèse cellulaire de micro-organismes à partir de la matière organique assimilée ;
- consommation due à la respiration endogène des cellules.

Ceci se traduit par l'équation suivante [Satin et Belmi, 1999] :

$$q_{O_2} = a' \times \text{quantité de DBO}_5 \text{ éliminée} + b' \times \text{quantité de biomasse dans le réacteur} \quad \text{Eq. F.2}$$

Dans le cas du traitement d'un effluent industriel, les valeurs des paramètres a' et b' sont :

$$a' = 0,6 \text{ kg}_{O_2} \cdot (\text{kg}_{\text{DBO}_5 \text{ éliminée}})^{-1}$$

$$b' = 0,1 \text{ kg}_{O_2} \cdot \text{kg}_{\text{MVS}}^{-1} \cdot \text{j}^{-1}$$

En prenant comme caractéristiques de notre installation :

- une quantité de DBO₅ à éliminer de 550 mg.L⁻¹ avec un débit d'entrée de 12,7 L.h⁻¹, soit 0,167 kg_{DBO5 éliminée.j⁻¹ ;}
- une concentration de biomasse dans le réacteur de 5 g.L⁻¹ pour un volume de 230 L soit une quantité de biomasse de 1,15 kg ;

l'équation F.2 aboutit à un débit q_{O_2} de 0,215 kg_{O2.j⁻¹} soit 8,96 g_{O2.h⁻¹}.

Or la masse molaire de l'oxygène dissous étant de 32 g.mol⁻¹, $q_{O_2} = 8,96 / 32 = 0,28 \text{ mol}_{O_2} \cdot \text{h}^{-1}$.

Disposant d'une alimentation en air et non en oxygène, nous devons poursuivre le dimensionnement en fonction de ce gaz. Une mole d'air contient 0,21 mole d'oxygène. Nous avons donc un besoin $q_{\text{air}} = 0,28 / 0,21 = 1,33 \text{ mol}_{\text{air}} \cdot \text{h}^{-1}$. La masse molaire de l'air étant de 29 g.mol⁻¹, $q_{\text{air}} = 38,7 \text{ g}_{\text{air}} \cdot \text{h}^{-1}$.

Le volume molaire, dans les conditions normales de température et de pression, de l'air, assimilé à un gaz parfait, étant de 22,4 L.mol⁻¹, le débit volumique d'air nécessaire au développement de la biomasse et au traitement de l'effluent est donné par : $1,33 \times 22,4 = 29,8 \text{ NL} \cdot \text{h}^{-1}$.

1.3. Détermination du fonctionnement nominal du pilote

Un fonctionnement nominal du pilote a été choisi en adaptant les débits afin de se rapprocher au plus près du fonctionnement nominal de la station des Papeteries de Lancey, station industrielle support de l'étude.

Le débit de recyclage est 1,2 fois le débit d'entrée de l'effluent ce qui conduit à un temps de passage de 8,2 h. Nous avons conservé pour le pilote cette valeur afin de déterminer les débits à mettre en œuvre.

$$t_s = \frac{V}{Q} \quad \text{Eq. F.3}$$

$$Q = Q_0 + Q_R = 2,2 \times Q_0 \quad \text{Eq. F.4}$$

$$Q_0 = \frac{V}{2,2 \times t_s} = \frac{230}{2,2 \times 8,2} = 12,7 \text{ L.h}^{-1} = 0,305 \text{ m}^3 \cdot \text{j}^{-1} \quad \text{Eq. F.5}$$

$$Q_R = 1,2 \times Q_0 = 15,3 \text{ L.h}^{-1} = 0,366 \text{ m}^3 \cdot \text{j}^{-1} \quad \text{Eq. F.6}$$

En considérant une concentration en biomasse dans le réacteur de 5 g.L^{-1} et en négligeant l'apport de DBO de la boucle de recyclage, les charges massiques et volumiques sont :

$$C_m = \frac{Q_0 \cdot [DBO]}{V \cdot MVS} = \frac{0,305 \times 0,55}{0,23 \times 5} = 0,146 \text{ kg}_{\text{O}_2} \cdot \text{kg}_{\text{MVS}}^{-1} \cdot \text{j}^{-1} \quad \text{Eq. F.7}$$

$$C_v = \frac{Q_0 \cdot [DBO]}{V} = \frac{0,305 \times 0,55}{0,23} = 0,73 \text{ kg}_{\text{O}_2} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{j}^{-1} \quad \text{Eq. F.8}$$

Ces valeurs sont représentatives de l'exemple de la station industrielle support de l'étude.

1.4. Ajout de nutriments

Les nutriments utilisés sont l'urée pour l'apport d'azote ammoniacal et l'acide phosphorique pour l'apport de phosphates. Le ratio C/N/P utilisé lors du démarrage du pilote était de 100/5/1. Par la suite, ce ratio a été modifié afin d'adapter l'apport de nutriment aux résidus obtenus dans les eaux épurées (chapitre 3, paragraphe 2.3.2). Les calculs présentés ci-dessous sont établis pour ce dernier ratio de 100/2/1.

La masse molaire de l'urée (NH_2CONH_2) est de 60 g.mol^{-1} , la masse molaire de l'azote est de 14 g.mol^{-1} . Afin de respecter le ratio C/N/P, il faut apporter 0,02 g d'azote par gramme de DCO_T de l'effluent, soit $0,02 \times 60 / 14 = 0,0857 \text{ g}$ d'urée par gramme de DCO_T .

De manière identique, la masse de l'acide phosphorique (H_3PO_4) est de 98 g.mol^{-1} , la masse molaire du phosphore est de 31 g.mol^{-1} . Afin de respecter le ratio C/N/P, il faut apporter 0,01 g de phosphore par gramme de DCO_T de l'effluent, soit $0,01 \times 98 / 31 = 0,0316 \text{ g}$ d'acide phosphorique par gramme de DCO_T . La solution d'acide phosphorique étant concentrée à 85%, il faut apporter 0,037 mL de solution par gramme de DCO_T .

Les nutriments ont été ajoutés dans le tank à lait après chaque rechargement en effluent. La quantité de nutriments à ajouter a été calculée en ne tenant compte que du volume d'effluent nouvellement ajouté au tank (l'effluent du chargement précédent restant dans le tank étant considéré comme répondant au ratio C/N/P). En prenant une DCO_T moyenne de l'effluent de 1000 mg.L⁻¹) et la quantité moyenne d'effluent ajouté à chaque chargement (1200 L), nous avons déterminé la quantité de nutriments à ajouter de la manière suivante :

$$\text{Masse de DCO}_T = 1 \times 1200 = 1200 \text{ g.}$$

$$\text{Masse d'urée à ajouter} = 1200 \times 0,0857 = 102,8 \text{ g.}$$

$$\text{Volume de solution d'acide phosphorique à ajouter} = 1200 \times 0,037 = 44,4 \text{ mL.}$$

Ces quantités ont été adaptées lorsque le volume d'effluent ajouté s'écartait de sa valeur moyenne de 1200 L.

2. Caractéristiques technique des éléments du pilote

Pour une plus grande facilité de lecture, les éléments sont classés par ordre alphabétique.

▪ Agitateurs

○ Bassin tampon

- constructeur : IKA
- référence : RW20.n
- vitesse de rotation : 60 à 2000 tr/min,
- moteur protégé en IP42 disposant de son propre disjoncteur contre le surchauffage

○ Réacteur

- constructeur : Heidolph
- référence : RZR 2102 control Z
- 2 plages de vitesse de rotation : 4 à 108 tr.min⁻¹ (couple de 70 N.cm⁻¹) et 17 à 540 tr.min⁻¹ (couple de 140N.cm⁻¹)
- commandable en 4-20mA

▪ Capteur de pression différentielle

- constructeur : Ahlborn
- référence : FD8214M01R
- gamme de mesure : 1 – 100 mbar relatif
- alimentation : 15 Vdc – 30 Vdc

▪ Détendeur air comprimé

- corps : aluminium
- joints : NBR
- pression amont maximale : 16 bars

- pression avale : réglable de 0,5 à 10 bars
- filtration : 25 microns
- **Flotteurs**
 - constructeur : Pepperl +Fuchs
 - référence : LFL2-BK-U-PV
 - diamètre : 86 mm
 - commutateur miniature incorporé dans un flotteur en PP, commute dès que sa position n'est plus horizontale

- **Pompes à vis excentrée**

constructeur : Seepex, matériel dédié aux procédés de traitement des eaux usées

 - Pompe entrée de l'effluent
 - référence : MD 006 12
 - débit : ajustable de 10 à 62,5 L.h⁻¹
 - débit nominal : 30 L.h⁻¹
 - rotor : inox, stator : NBR (Perbunan)
 - vitesse de sortie : 177 tr.min⁻¹
 - moto-réducteur : 0,37KW – 230/400V
 - protection : IP 55
 - Pompe réacteur => clarificateur
 - référence : BN 025 12
 - débit : ajustable de 30 à 300 L.h⁻¹, après installation du second réducteur : 20 L.h⁻¹ à 100 L.h⁻¹
 - débit nominal : 180 L.h⁻¹
 - rotor : inox, stator : NBR (Perbunan)
 - vitesse de sortie 200 tr.min⁻¹
 - moto-réducteur : 0,37KW – 230/400V
 - protection : IP 55
 - Pompe recyclage/purge
 - référence : BN 025 12
 - débit : ajustable de 25 à 250 L.h⁻¹, après installation du second réducteur : 10 L.h⁻¹ à 60 L.h⁻¹
 - débit nominal : 150 L.h⁻¹
 - rotor : inox, stator : NBR (Perbunan)
 - vitesse de sortie 170 tr.min⁻¹
 - moto-réducteur : 0,37KW – 230/400V
 - protection : IP 55

- **Préleveurs**
 - constructeur : Bühler Montec
 - référence : XIAN 1000
 - contient 24 échantillons de 500 mL, possibilité d'effectuer des échantillons moyennés
 - matériel dédié au procédé de traitement de l'eau,

▪ Pressiostat

- constructeur : Schneider Electric
- référence XML B010 A2 S11
- plage du point haut de 0,7 à 10 bars
- contact unipolaire

▪ Sondes

constructeur : WTW

○ Oxygène

- référence : TriOxmatic
- 2 plages de mesure : 0 – 20 mg.L⁻¹ (résolution 0,01 mg.L⁻¹) et 0 – 60 mg.L⁻¹ (résolution 0,1 mg.L⁻¹)
- épaisseur de la membrane : 25 µm
- temps de réponse 90s

○ pH

- référence : Sensolyt 700 IQ, électrode Sensolyt SEA
- plage de mesure : 2-12 pH
- résolution : 0,01 pH

○ Redox

- référence : Sensolyt 700 IQ, électrode Sensolyt PtA
- plage de mesures : ± 2000mV
- résolution : 1 mV

○ Conductivité

- référence : TetraCon 700 IQ,
- cellule de mesure de conductivité numérique avec système à quatre électrodes (évite l'intervention d'effets de polarisation primaires ou secondaires, ce qui garantit une grande précision des mesures)
- plage de mesures : 10µS.cm⁻¹ à 500 mS.cm⁻¹
- résolution : 1 µS.cm⁻¹
- constante cellulaire : 0,917 cm⁻¹ ± 1,5 % en solution libre

○ Azote ammoniacal

- référence : AmmoLyt 700 IQ
- 2 plages de mesure : 0,1 – 1000 mg.L⁻¹ (résolution 1 mg.L⁻¹) et 0,1 – 100 mg.L⁻¹ (résolution 0,1 mg.L⁻¹)
- durée de vie de l'électrode 3 à 8 mois

▪ Vannes

○ Air

- distributeur : Faure Automatismes
- référence : F-201C-FGB-33-V
- gamme 2-100NL/h

- régulateur de débit massique EL-FLOW
 - matériau de construction : inox
 - commandable en 4-20mA
 - 24V DC
- o Pneumatique TOR
 - distributeur : Faure Automatisme
 - référence : 141459
 - commandée par piston (commande électromagnétique)
 - NF ou NO
 - corps PVC
 - pression 0/8 bars

3. Définition des modes de fonctionnement dégradé

Après avoir identifié les dysfonctionnements pouvant survenir sur chacun des éléments du pilote et les conséquences associées, nous avons cherché quels pouvaient être les indicateurs de ces dysfonctionnements visibles par le superviseur et les actions correctives qui pouvaient être déclenchées. Le tableau présente l'aboutissement de cette réflexion en indiquant l'ensemble des dysfonctionnements détectés par le superviseur et les fonctionnements dégradés associés.

N° de défaut	Indicateur	Description	N° d'action
1	Niveau tank bas	Niveau tank bas	1
2	Niveau réacteur haut	Niveau réacteur haut	3
3	Pressostat déclenché	Sortie P3 bouchée	3
4	Fréquence P2 diminue et P1 cte et P3 cte	Fuite réacteur ou bassin tampon ou ouverture non souhaitée vanne purge ou ouverture non souhaitée vanne recyclage	3
5	Niveau réacteur augmente et consigne P2 non nulle	Problème régulation P2	3
6	Mesure P3 nulle et consigne non nulle	Problème P3	3
7	Mesure P1 nulle et consigne non nulle	Problème P1	2
8	pH > 8	Effluent basique	2
9	pH < 5	Effluent acide	2
10	Niveau réacteur bas	Niveau réacteur bas	4
11	Défaut agitateur	Défaut agitateur	0
12	Défaut variateur	Défaut variateur	3

Tableau F.1 : Dysfonctionnements perceptibles par le superviseur et actions associées.

Action 1

- diminuer du débit de la pompe 1 puis arrêt complet au bout de n heures,
- ajustement des pompes 2 et 3.

Action 2

- arrêt de la pompe 1,
- ajustement des pompes 2 et 3,
- arrêt du réchauffeur.

Action 3

- arrêt des pompes 1, 2 et 3,
- arrêt du réchauffeur.

Action 4

- arrêt des pompes 1, 2 et 3,
- arrêt du réchauffeur,
- arrêt de l'agitateur du réacteur.

Action 5

- augmentation de l'agitation.

Annexe G

Le simulateur

Les simulations ont été réalisées sous les logiciels *Matlab 7.1* et *Simulink*.

G.1 Le modèle de référence

Le groupe de travail du programme européen COST 624 a proposé un simulateur complet du traitement secondaire par boues activées d'un effluent urbain [Copp, 2002]. Ce simulateur a été développé dans le but de fournir un outil objectif de comparaison de différentes stratégies de commande et donc de stimuler les recherches sur l'optimisation des performances des procédés d'épuration. Ce simulateur est largement utilisé comme outil de référence.

La configuration de cette station est indiquée à la figure G.1. Elle est composée d'un réacteur et d'un clarificateur, le réacteur étant scindé en cinq bassins : deux bassins anoxiques parfaitement agités et trois bassins aérobies parfaitement agités également. Une boucle de recirculation interne de débit Q_A représente le retour de l'effluent du dernier compartiment aérobie vers le premier compartiment anoxique. Les boues en sortie de clarificateur sont extraites à un débit Q_w et recyclées à un débit Q_R .

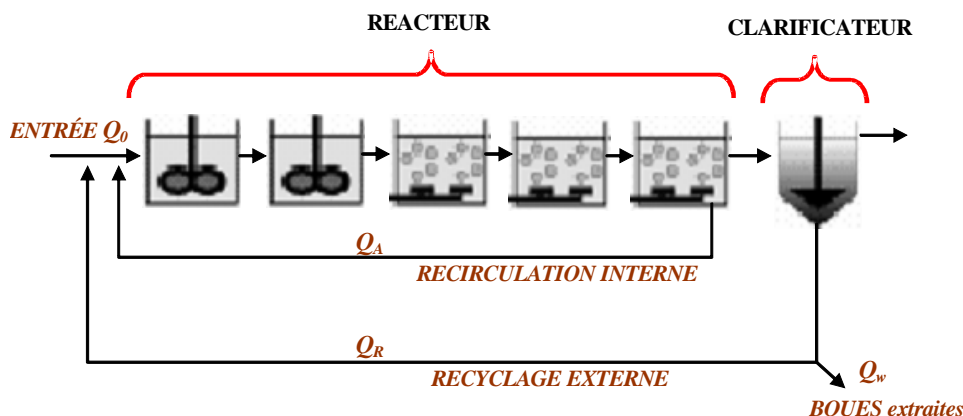


Figure G.1 : Configuration hydrodynamique de la station urbaine de référence.

Pour modéliser les phénomènes biologiques et les phénomènes de décantation au sein de ce procédé de traitement, deux modèles ont été employés : le modèle ASM1, décrit précédemment, pour la partie biologique et la formulation proposée par [Takács *et al.*, 1991] appliquée à un clarificateur 10 couches pour la décantation. Pour la partie biologique, le nombre global de variables d'état est de 65 et le nombre de paramètres (rendements et cinétiques des réactions biologiques) de 19.

La modélisation globale du procédé est donnée par un bilan de matière sur chacun des compartiments:

$$\text{Compartiment n}^\circ 1 : \quad \frac{dZ_1}{dt} = \frac{1}{V_1} \cdot (Q_0 \cdot Z_0 + Q_R \cdot Z_R + Q_A \cdot Z_A + r_1 \cdot V_1 - Q_1 \cdot Z_1) \quad \text{Eq. G.1}$$

$$\text{Compartiment n}^\circ k \ (2 \leq k \leq 5) : \quad \frac{dZ_k}{dt} = \frac{1}{V_k} \cdot (Q_{k-1} \cdot Z_{k-1} + r_k \cdot V_k - Q_k \cdot Z_k) \quad \text{Eq. G.2}$$

où Z_k : vecteur contenant les 13 variables d'état associées au compartiment k .

Z_0 : vecteur contenant les 13 variables d'état associées à l'effluent d'entrée.

Z_R : vecteur contenant les 13 variables d'état associées à la boucle de recyclage.

Z_A : vecteur contenant les 13 variables d'état associées à la boucle de recirculation interne.

V_k (m^3) : volume du bassin k .

r_k : vecteur des vitesses globales biologiques pour le compartiment k .

Q_l ($\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$) : flux traversant le premier compartiment, $Q_l = Q_0 + Q_R + Q_A$.

Q_k ($\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$) : flux traversant le compartiment k , $Q_k = Q_l$.

Du fait de l'apport d'oxygène dans les compartiments 3 à 5, l'équation différentielle de S_o comporte un terme supplémentaire ($3 \leq k \leq 5$) :

$$\frac{dS_{O_k}}{dt} = \frac{1}{V_k} \cdot (Q_{k-1} \cdot S_{O_{k-1}} + r_{S_{O_k}} \cdot V_k - Q_k \cdot S_{O_k}) + k_l a (S_{O^*} - S_{O_k}) \quad \text{Eq. G.3}$$

où $k_l a$: coefficient de transfert de l'oxygène contenu dans les bulles d'air vers l'effluent (j^{-1}).

S_{O^*} : concentration d'oxygène dissous à saturation à l'équilibre thermodynamique ($\text{mg}_{\text{O}_2} \cdot \text{L}^{-1}$).

G.2 Constitution des bases de données urbaines

Nous avons vu dans le chapitre 1 que la composition d'un effluent urbain et son débit étaient soumis à des fluctuations connues (fonction de l'heure et du jour) mais aussi aléatoires (phénomènes météorologiques). Les jeux de données proposés pour ce modèle de référence, au nombre de trois, sont représentatifs de cette dynamique, chacun étant d'une durée de 14 jours :

- *beau temps* : cas nominal, fluctuation du débit et de la composition de l'effluent suivant l'activité humaine ;

- *pluie* : sur la base de la dynamique *beau temps*, un évènement de pluie est présent, d'une durée de 2 jours durant lesquels le débit de l'effluent est doublé et la concentration des différents composés polluants est diminuée (dilution de l'effluent) ;
- *orage* : sur la base de la dynamique *beau temps*, deux évènements orageux successifs ont lieu d'une durée de quelques heures chacun entraînant une augmentation forte et brève du débit associée à une baisse de la concentration des différents composés de l'effluent.

L'exactitude de notre simulateur a été validée en comparant les valeurs des variables d'état obtenues aux valeurs préconisées par [Copp, 2002] à l'issue de 100 jours en entrée statique et pour des conditions initiales des variables d'état différentes des conditions initiales nominales proposées par [Copp, 2002]. A l'issue de ce test, nous avons constitué les jeux de données complets nécessaires à notre étude. Ayant pour conditions initiales, les conditions initiales du modèle de référence, l'équilibre statique est atteint instantanément. Nos jeux de données sont donc composés de :

- 1 jour : entrée statique ;
- 14 jours : entrée dynamique correspondant au beau temps ;
- 14 jours : entrée dynamique correspondant à un temps particulier (beau, pluie ou orage).

Dans ce qui suit, les termes *beau*_{entrée}, *pluie*_{entrée}, *orage*_{entrée} désigneront ces jeux de données d'entrée complets de 29 jours.

Les jeux de référence pour les variables d'état (sortie zone anoxique, sortie zone aérobie) et les variables de recyclage ont ensuite été constitués en simulant le modèle de référence complet avec les trois jeux d'entrée *beau*_{entrée}, *pluie*_{entrée}, *orage*_{entrée}. Les jeux ainsi obtenus constituent les mesures de référence de notre étude. Ils seront appelés respectivement *beau*_{anoxie}, *pluie*_{anoxie}, *orage*_{anoxie} / *beau*_{aérobie}, *pluie*_{aérobie}, *orage*_{aérobie} / *beau*_{recyclage}, *pluie*_{recyclage}, *orage*_{recyclage}.

Chacun contient les valeurs associées aux 13 variables (entrée, état ou recyclage) du modèle de référence. Seules les variables (entrée, état ou recyclage) correspondant aux variables d'état sélectionnées pour les modèles réduits seront alors utilisées. Les autres variables ne seront pas considérées dans notre étude.

Résumé

Le suivi des procédés à boues activées est délicat du fait de leur dynamique lente, de la complexité de leur comportement mais surtout du manque d'information sur leur état. Ce constat est d'autant plus vrai pour les procédés de traitement des effluents papetiers étant donné le peu de moyens disponibles pour leur instrumentation alors que la variabilité des effluents est beaucoup moins prévisible que sur les eaux urbaines. Les opérateurs humains sont en attente d'outils efficaces les aidant dans leur prise de décision afin d'améliorer la qualité du traitement. Nous avons donc défini une démarche en quatre étapes pour le développement d'un outil d'aide à la décision : modélisation, estimation, anticipation dynamique, proposition d'action. Les bases de cet outil ont été développées dans ce travail : un modèle papetier a été validé sur des données expérimentales papetières. Afin de s'affranchir des spécificités et des contraintes liées aux procédés industriels, un pilote modulable, semi-industriel et supervisé a été mis en place pour mener à bien différentes études expérimentales. La modélisation a été effectuée par réduction du modèle biologique ASM1 grâce au choix du schéma réactionnel. Il a été montré qu'il est nécessaire de développer un modèle spécifique aux effluents papetiers. La validation du modèle papetier a été menée à bien sur les données obtenues sur le pilote, celui-ci étant alimenté par un effluent papetier réel. Ces résultats étant tout à fait satisfaisants, le modèle peut donc être intégré aux autres étapes de l'outil d'aide à la décision, permettant alors une réelle maîtrise de la qualité des eaux issues du traitement biologique par boues activées d'effluents papetiers.

Mots-clé : traitement des effluents – procédé à boues activées – aide à la décision – modélisation – observation – pilote – stratégie de mesures – industrie papetière

Abstract

Activated sludge processes monitoring is difficult to manage altogether because of their slow dynamics, their complex behavior but especially because of the lack of available information regarding the process state. This assessment is even more real for papermill effluents, because of the few means available for instrumentation. Human operators need efficient tools to assist them for taking decisions to enhance treatment quality. A four steps approach is therefore proposed to develop a relevant tool for decision aid: modelling, estimation, behavior prediction, and action proposal. Bases of this tool have been developed in this work: a paper mill model has been validated on experimental data obtained with industrial papermill effluent. In order to avoid specificities and constraints linked to industrial processes, a modular, semi-industrial scale and supervised pilot plant has been carried out in order to perform a large range of experimental studies. Model design has been realised by reduction of the ASM1 biological model, thanks to the choice of the reaction scheme. The need of disposing of a specific papermill model has been pointed out. Validation of the papermill model has been carried out on data collected from the pilot plant, fed with a real papermill wastewater. As the results are really satisfying, the model can be now included in the other steps of the decision aid tool, leading to an actual control of the quality of the treated water issued from the activated sludge biological treatment process with papermill effluent.

Keywords: wastewater treatment – activated sludge process – aid in decision task – modelling – observation – pilot – measurement strategy – paper mill industry