



HAL
open science

Contribution à la modélisation, l'identification et la conduite numérique d'une unité pilote de fermentation continue type cascade

Gérard Rauzy

► **To cite this version:**

Gérard Rauzy. Contribution à la modélisation, l'identification et la conduite numérique d'une unité pilote de fermentation continue type cascade. Automatique / Robotique. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 1981. Français. NNT: . tel-00180970

HAL Id: tel-00180970

<https://theses.hal.science/tel-00180970>

Submitted on 22 Oct 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.

THÈSE

présentée

DEVANT L'UNIVERSITÉ PAUL SABATIER DE TOULOUSE (Sciences)

en vue de l'obtention

du DOCTORAT de 3^e CYCLE

Spécialité : E.E.A. - Option : Automatique

par

Gérard RAUZY

Maître es-Sciences

CONTRIBUTION A LA MODELISATION, L'IDENTIFICATION ET LA CONDUITE NUMERIQUE D'UNE UNITE PILOTE DE FERMENTATION CONTINUE TYPE CASCADE

Soutenue le 27 Mai 1981, devant la Commission d'Examen:

MM. G. GRATELOUP

Président

J.P. BABARY

A. BENZAKEN

G. GOMA

J.B. POURCIEL

Y. SEVELY

} Examineurs

AVANT-PROPOS.

Cette étude a été réalisée au Laboratoire d'Automatique et d'Analyse des Systèmes du C. N. R. S.

Je remercie vivement :

Monsieur G. GRATELOUP, Professeur à l'I. N. S. A. T., de m'avoir accueilli au L. A. A. S. et d'avoir accepté de présider le Jury de soutenance.

Monsieur Y. SEVELY, Professeur à l'Université Paul Sabatier, qui a encadré mes activités de recherche au sein de l'équipe "Systèmes à paramètres répartis-commande numérique des processus". Sa compétence, son expérience et ses nombreux conseils ont largement contribué à l'élaboration de cette thèse.

Monsieur J. P. BABARY, Maître de Recherche au C. N. R. S., qui s'est intéressé à notre travail et a bien voulu participer au Jury.

Monsieur A. BENZAKEN, Professeur à l'Ecole Nationale de l'Aéronautique et de l'Espace pour la bienveillante attention qu'il m'a témoigné tout au long de mes études supérieures. Je voudrais qu'il sache le plaisir que j'ai à le voir participer aujourd'hui au Jury d'examen.

Monsieur G. GOMA, Professeur à l'I. N. S. A. T., avec qui j'ai eu le plaisir de travailler et dont l'aide et les conseils ont été un appui indispensable à la réalisation de cette étude.

Monsieur J. B. POURCIEL, Ingénieur à l'Université Paul Sabatier, qui nous a fait bénéficier de son expérience et a pris une part active à cette étude.

Messieurs M. BRUCHE et J. P. FONTAGNE, pour l'aide précieuse qu'ils nous ont apportés durant le montage des appareillages et la conduite des expérimentations.

Les membres de l'équipe "Systèmes informatiques et Simulation".

Le service de documentation et d'imprimerie du laboratoire qui a assuré la réalisation matérielle de ce mémoire, particulièrement Mademoiselle BIECO Nicole, qui a réalisé la dactylographie avec compétence et amabilité.

Tous les membres de l'équipe du professeur Y. SEVELY, pour l'ambiance de travail qu'ils ont su entretenir. En particulier J. P. BOVEE avec qui une partie de ce travail a été réalisée et qui poursuit l'étude de l'optimisation des réacteurs cascades.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION	1
CHAPITRE I - MODELISATION	7
I, 1 - Introduction	9
I, 2 - Modélisation de la vitesse de croissance des micro-organismes	10
I, 2. 1 - Equations de la croissance des micro-organismes	10
I, 2. 2 - Cinétique de croissance des micro- organismes	12
I, 2. 3 - Représentation mathématique du taux de croissance	12
I, 2. 4 - Rappels bibliographiques	14
I, 2. 5 - Modèle de croissance proposé	17
I, 3 - Modélisation de la production d'alcool	20
I, 4 - Modélisation de la dégradation du substrat	22
I, 5 - Description du comportement d'un ensemble de huit réacteurs infiniment mélangés en série	24
I, 6 - Conclusion	25
CHAPITRE II - IDENTIFICATION	27
II, 1 - Introduction	29
II, 2 - Identification paramétrique	29
II, 2. 1 - Principe de la méthode	29
II, 2. 2 - Choix du critère	31
II, 2. 3 - Divers principes de mise en oeuvre de la méthode	32

II, 2. 3. 1 - Introduction	32
II, 2. 3. 2 - Première méthode : pseudo-fermenteurs	34
II, 2. 3. 3 - Deuxième méthode : méthode implicite	42
II, 2. 3. 4 - Troisième méthode: méthode "séparée"	49
II, 2. 4 - Comparaison des résultats	55
II, 3 - Simulation numérique et étude de sensibi- lité aux paramètres	56
II, 3. 1 - Simulation numérique	56
II, 3. 2 - Etude de sensibilité	59
II, 3. 2. 1 - Sensibilité du taux de croissance	60
II, 3. 2. 2 - Sensibilité des variables d'état	61
II, 4 - Conclusion	70
 CHAPITRE III - AUTOMATISATION D'UNE UNITE PILOTE DE FERMENTATION	 71
III, 1 - Introduction	73
III, 2 - Variables de la fermentation	75
III, 3 - Description du réacteur	76
III, 4 - Variables de commande	77
III, 5 - Variables d'environnement	79
III, 5. 1 - Mesure et régulation des températures	79
III, 5. 2 - Mesure et régulation des pH	81
III, 5. 3 - Dynamique des régulations	82
III, 6 - Variables d'état	86
III, 6. 1 - Mesure de la concentration en biomasse	86
III, 6. 2 - Mesure de la concentration en produit	87
III, 6. 3 - Mesure de la concentration en substrat	89
III, 7 - Variables annexes	92
III, 7. 1 - Mesure du débit de CO ₂	92
III, 8 - Description d'une fermentation	94
III, 8. 1 - Préparation du milieu de culture	94
III, 8. 2 - Stérilisation du fermenteur, inoculation	95
a) Préparation de l'inoculum	95
b) Stérilisation, inoculation	95
III, 9 - Conclusion	96

CHAPITRE IV - CONDUITE DE L'UNITE PILOTE PAR CALCULATEUR NUMERIQUE	97
IV, 1 - Introduction	99
IV, 2 - Le matériel	99
IV, 2. 1 - Le micro-calculateur	101
IV, 2. 2 - Les interfaces avec le processus	102
IV, 2. 3 - Le mini-calculateur	103
IV, 2. 4 - Liaison téléphonique	105
IV, 3 - Le logiciel	105
IV, 3. 1 - Logiciel associé au micro-calculateur	105
IV, 3. 1. 1 - Moniteur temps réel	105
IV, 3. 1. 2 - Commande numérique du processus	107
IV, 3. 1. 3 - Programmes annexes	111
IV, 3. 2 - Logiciel associé au mini-calculateur	115
IV, 4 - Conclusion	118
CONCLUSION	121
NOMENCLATURE	125
BIBLIOGRAPHIE	131

INTRODUCTION

Au cours des dernières années, de nombreuses études concernant la croissance des micro-organismes et en particulier les fermentations, ont été entreprises. Si les phénomènes de fermentations sont utilisés depuis l'antiquité pour la production de pain, bière, vin..., leurs applications industrielles sont très récentes et demeurent limitées. Parmi celles-ci, on peut citer les applications à l'industrie alimentaire, à l'industrie chimique (antibiotiques, vitamines, vaccins,...) et à l'épuration biologique des eaux résiduaires. Mais les procédés de fermentation sont très nombreux et peuvent être utilisés pour des applications très variées.

La crise pétrolière de 1973 a créé une conjoncture favorable au développement des industries de transformation des matières premières d'origine végétale. Les plantes à vocation "énergétique", sont, vis à vis de la biologie, source de substances carbonées fermentexibles, pouvant être transformées, notamment, en alcool employé ensuite comme combustible. A partir de ces plantes dites alcooligènes, on peut obtenir de l'éthanol par fermentation alcoolique des organes (racine, tige ou grains) les plus riches en glucides, facilement hydrolysables, tels que, l'amidon (abondant dans la pomme de terre, les céréales, le topinambour) ou le saccharose (betterave, canne à sucre...) [25].

Le bilan énergétique de ce processus est fortement influencé par la production de sucre de la plante considérée, comme par des données technico-économiques. Le Brésil, qui développe cette source d'énergie, prévoit une production de 11 millions de m³ en 1985, l'utilisation des excédents de maïs aux U. S. A. permettrait de produire 9,5 millions de m³ d'alcool. Mais si certains pays ont une situation géographique et un environnement favorable à la fabrication d'alcool de fermentation, il n'en est pas de même pour tous. Afin d'améliorer la rentabilité, il importe d'augmenter les productivités et les rendements de ces procédés ou en terme d'automatisme, de réaliser l'optimisation du processus. Cette optimisation résulte d'actions dans des domaines très variés tels que : la microbiologie, la génétique pour la sélection et l'amélioration des souches, le génie biochimique, l'automatique...

Du point de vue automatique, les réacteurs biochimiques sont des systèmes d'une telle complexité, au niveau des réactions élémentaires, que l'on est amené à ne considérer que des modèles macroscopiques de croissance des micro-organismes constituant des modèles d'action, c'est-à-dire des expressions mathématiques, nécessaires à l'élaboration d'une loi de commande. Le processus de fermentation est alors décrit par des équations différentielles non linéaires du premier ordre, permettant de définir les variables d'état (concentrations en micro-organisme, métabolite, substrat), les variables de commande (taux de dilution et d'alimentation en substrat pour une fermentation continue) et les paramètres qu'il est nécessaire d'identifier, ceux-ci étant susceptibles d'évoluer au cours du temps (vieillessement des souches, perturbations sur les conditions expérimentales).

L'étude que nous présentons, s'insère dans le contexte général des travaux de recherche entrepris depuis une dizaine d'années, par l'équipe de recherche "conduite numérique d'unité pilote de fermentation" du L. A. A. S. TOULOUSE travaillant en étroite collaboration avec le Laboratoire de Génie Biochimique de l'I. N. S. A. TOULOUSE. Elle constitue la première partie d'un projet dont la finalité est la conduite numérique et la commande optimale d'un réacteur, composé de six étages, placés en série, destiné à la production d'éthanol par fermentation alcoolique.

Nous avons mené en parallèle, des travaux de caractère technique au niveau de l'instrumentation, de l'informatique et de l'automatique, de l'unité pilote d'une part et des recherches de caractère plus théorique, sur la modélisation et l'identification du procédé, d'autre part.

C'est la raison pour laquelle ces dernières études se sont appuyées sur des résultats expérimentaux antérieurs provenant d'une autre unité pilote, non automatisée, constituée de huit réacteurs en cascade (thèse de M. MORENO [32]).

Dans cette optique, notre mémoire est divisé en quatre chapitres :

Dans le premier, après avoir rappelé les grandeurs qui caractérisent les croissances microbiennes, nous établissons un modèle mathématique de la fermentation alcoolique à partir d'études antérieures, comme nous l'avons signalé.

La deuxième partie traite de l'identification des paramètres intervenant dans les équations du modèle. En utilisant la méthode du modèle et un algorithme de recherche de minimum d'une fonctionnelle, nous proposons plusieurs principes de reconstitution de l'état du système, utilisés, soit pour tester des modèles de croissance, soit pour effectuer l'identification en ligne. A la fin du chapitre, nous présentons également une étude de sensibilité du taux de croissance et des variables d'état, par rapport aux paramètres.

La troisième partie est consacrée à la description fonctionnelle de l'unité pilote de fermentation. Nous y exposons l'ensemble des solutions adoptées pour l'automatisation complète du système. Les régulations locales et leur efficacité, sont étudiées et nous abordons le problème de la mesure en ligne des variables importantes du processus. Dans ce chapitre, nous décrivons également comment l'opérateur réalise pratiquement une fermentation.

Enfin, la présentation de l'ensemble du système informatique, connecté au processus, en vue de sa commande en temps réel, fait l'objet de la quatrième partie.

CHAPITRE 1

MODELISATION

I, 1 - INTRODUCTION :

La connaissance des cinétiques des réactions biologiques, est indispensable, afin de décrire quantitativement, les comportements dynamiques et les simuler dans des conditions différentes, d'étudier les mécanismes limitant les processus microbiens et enfin d'élaborer et réaliser une stratégie de conduite optimale des processus biologiques. Il est donc nécessaire de développer des modèles mathématiques simples, fiables, utilisant le minimum de paramètres.

Dans la majorité des cas, déterminer le modèle mathématique d'un système, consiste à écrire à partir de données théoriques sur ce procédé, un ensemble d'équations décrivant et prédisant l'évolution du système dans sa zone de fonctionnement. Il est souvent souhaitable de chercher un modèle de connaissance, dont les équations correspondent aux lois de comportement du processus. Il suffit alors de déterminer expérimentalement les valeurs numériques des paramètres de ces équations [29]. Mais les processus de fermentation sont basés sur des réactions enzymatiques relatives au métabolisme des cellules, de plus il existe un grand nombre de réactions interactives, qui ne sont pas toujours connues exactement. Ceci entraîne un modèle de connaissance trop complexe pour l'utilisation en commande. On développe des modèles d'action beaucoup plus simples comprenant un nombre limité de paramètres.

Dans la pratique, les modèles développés en fermentation, sont basés sur des analogies avec les lois de la cinétique enzymatique et sur une approche phénoménologique : observation de la croissance de la biomasse, dégradation du substrat, excrétion de métabolites. En tant qu'outil de recherche et instrument de contrôle du processus, ils doivent répondre aux critères suivants :

. Décrire quantitativement, le comportement des levures à l'aide d'équations aussi simples que possible. ;

. Chaque équation composant le modèle doit pouvoir être vérifiée expérimentalement.

Le modèle mathématique développé a été étudié dans le cas de la fermentation alcoolique utilisant comme souche des levures *saccharomyces cerevisiae* UG 5.

Parallèlement aux études théoriques, l'équipe de recherche dont nous faisons partie, a développé une unité pilote de fermentation multiétage couplée à un ordinateur [44]. Mais ce système n'étant opérationnel que depuis peu, les phases de modélisation et d'identification ont été menées à partir d'études expérimentales réalisées sur une unité pilote de huit fermenteurs en cascade, par Monsieur Marc MORENO [32] du Laboratoire de Génie Biochimique de l'I. N. S. A. T.

I. 2 - MODELISATION DE LA VITESSE DE CROISSANCE DES MICRO-ORGANISMES :

I. 2. 1 - EQUATIONS DE LA CROISSANCE DES MICRO-ORGANISMES :

Dans l'optique de la commande numérique, nous nous sommes limités à l'étude de modèles de croissance, simples, permettant de relier la croissance aux variables d'état.

Les principales composantes du milieu de fermentation, sont les suivantes :

- θ : température en °C
- pH : acidité en unité pH
- S : concentration en substrat en g/l
- X : concentration en biomasse en g/l
- P : concentration en alcool en g/l.

Chaque micro-organisme présente un comportement qui lui est propre et à tout instant, le milieu de fermentation contient des cellules jeunes, des cellules bourgeonnantes, et des cellules mortes [53]. Dans tout ce qui suit, nous considérons la population microbienne homogène, décrite par la concentration en micro-organisme X. Le taux de croissance calculé à partir de l'évolution de X, représente alors la valeur moyenne du taux de croissance propre à chaque levure.

Dans le cas de la fermentation discontinue (*) la variation par unité de temps de la concentration en micro-organisme est due uniquement à la croissance des cellules par réactions biologiques ; elle est caractérisée par la variable r_x appelée vitesse spécifique de croissance en micro-organisme. [4].

$$r_x = \frac{dX}{dt} \quad r_x \text{ en g.l}^{-1} \cdot \text{h}^{-1} \quad (1)$$

Cet accroissement en micro-organismes est proportionnel à la population elle-même.

$$\frac{dX}{dt} = \mu X \quad (2)$$

$$\mu = \text{taux de croissance en h}^{-1}$$

En continu, la variation par unité de temps de la concentration en micro-organismes, est due à deux phénomènes qui s'ajoutent : d'une part, comme en discontinu, la croissance par phénomènes biologiques, et d'autre part, le prélèvement à chaque instant, d'une quantité de milieu contenant du produit et de la biomasse que l'on remplace par une solution composée de sels minéraux, d'aliments et de micro-organismes [4].

Ainsi, en posant $D = \frac{Q}{V}$, avec Q : débit à l'entrée du réacteur,
 V : volume du réacteur

et X_0 concentration en biomasse de la solution à l'entrée, nous avons pour un réacteur parfaitement mélangé, fonctionnant en continu :

$$\frac{dX}{dt} = D (X_0 - X) + \mu X \quad (3)$$

(*) : Dans tout ce qui suit, nous appelons fermentation discontinue, une fermentation réalisée avec un débit d'alimentation nul, par opposition à une fermentation continue où le réacteur est alimenté en permanence en substrat et en sels minéraux.

I. 2. 2 - CINÉTIQUE DE CROISSANCE DES MICRO-ORGANISMES :

La croissance microbienne passe généralement par les phases suivantes (figure 1.1) [39] :

- a) Phase de latence : adaptation des micro-organismes au milieu ;
- b) Phase d'accélération : les micro-organismes commencent à se multiplier ;
- c) Phase exponentielle : le taux de croissance est constant et maximum ;
- d) Phase de ralentissement : le taux de croissance décroît ;
- e) Phase stationnaire : le taux de croissance est nul ;
- f) Phase de déclin : le taux de croissance est négatif, il meurt davantage de cellules qu'il ne s'en crée.

Les phases a) et b) caractérisant le démarrage de chaque fermentation, n'ont pas d'intérêt pour les fermentations en continu, où le temps d'opération est normalement supérieur au millier d'heures. De plus, dans les manipulations qui nous intéressent, effectuées au Laboratoire de Génie Biochimique, la phase exponentielle est pratiquement inexistante. Pour modéliser le taux de croissance de la fermentation continue, nous ne retiendrons donc que les trois dernières phases.

I. 2. 3 - REPRESENTATION MATHÉMATIQUE DU TAUX DE CROISSANCE :

Pour se dérouler dans des conditions optimales, la croissance des levures nécessite qu'un certain nombre de facteurs (en particulier substances nutritives) et de conditions physicochimiques (température, pH, etc...) soient réunis. Ainsi le taux de croissance peut être représenté par une fonction de la forme :

$$\mu = f(\theta, \text{pH}, S, S_0, P, \dots) \quad (4)$$

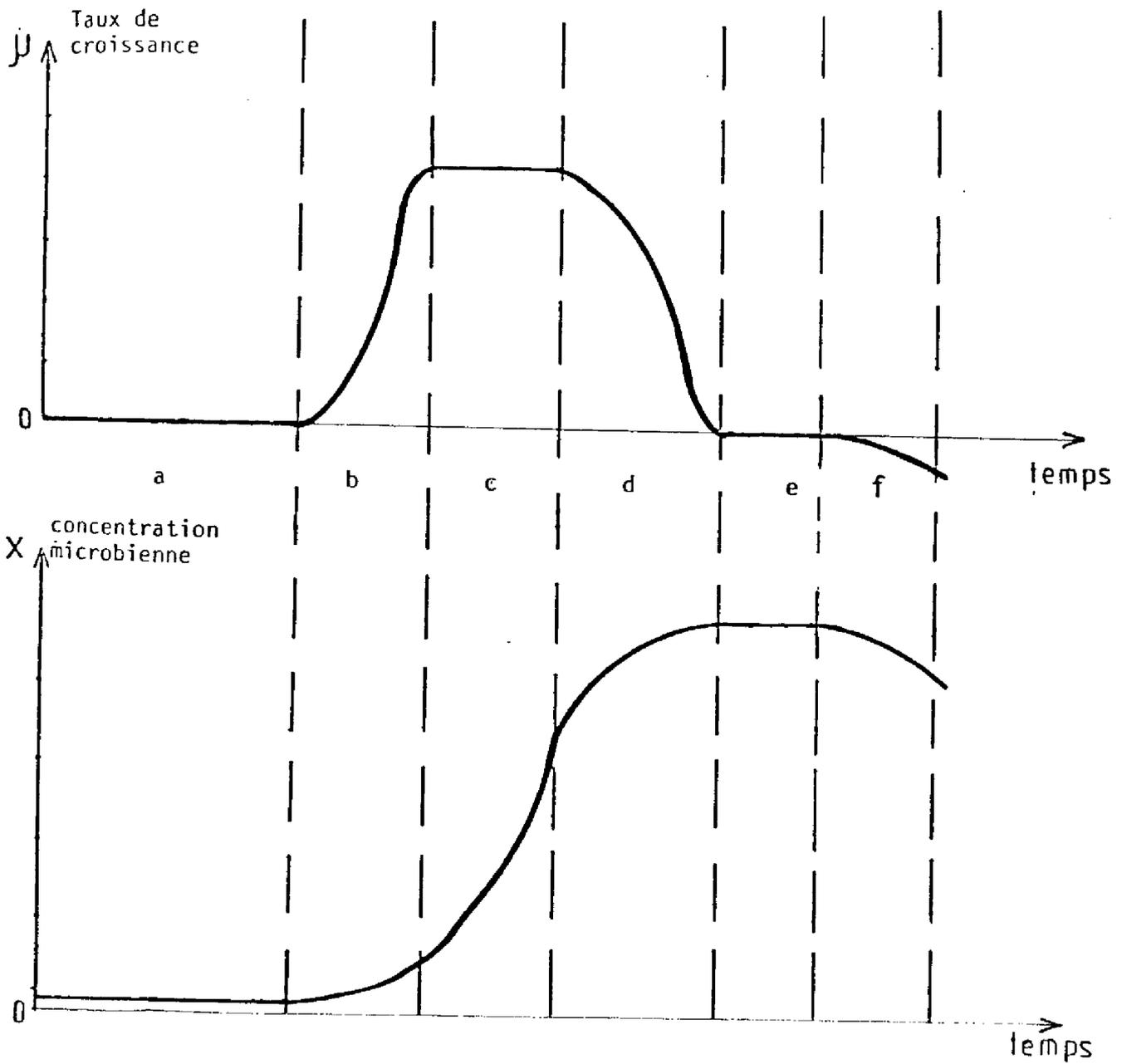


FIGURE 1.1: Les phases de croissance d'une culture microbienne en fermentation discontinue, les lettres désignent les différentes phases.

Pour pouvoir faire une étude du système, il est nécessaire de diminuer le nombre de variables, afin d'aboutir à une structure plus simple. Les modèles de croissance que nous avons étudiés, en collaboration avec nos partenaires biochimistes, ne font intervenir que les concentrations en substrat (S), en produit (P), et la concentration à l'entrée S_0 . Nous considérons, soit que les autres variables n'interviennent que faiblement ou indirectement, soit que ce sont des variables d'environnement du système. Ceci est le cas pour la température et le pH qui sont régulés à la valeur qui rend optimal, le taux maximal de croissance : μ_{\max} caractéristique des conditions expérimentales et de la souche utilisée.

Des études expérimentales et théoriques précédentes [30], ont permis de déterminer les valeurs $\hat{\theta}$ et \hat{pH} qui maximisent μ_{\max} .

L'expression de μ est ainsi ramenée à une forme plus simple :

$$\mu = f(S, P, \underline{q}) \quad (5)$$

\underline{q} représente un vecteur de paramètres lié aux variables θ , pH, $S_0 \dots$

I. 2. 4 - RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES :

La croissance des micro-organismes en fermentation alcoolique obéit principalement à deux effets :

- . La concentration en substrat limitant [14] [54],
- . L'inhibition par le produit [1] [2] [33].

Il existe un grand nombre de modèles décrivant la variation du taux de croissance microbien. Roels et Kossen [43] ont posé clairement le problème dans un récent article : lorsque la croissance est limitée par un manque de substrat S, la variation du taux de croissance est décrite dans de nombreux cas, par une relation du type Monod [31] :

$$\mu = \mu_{\max} \frac{S}{K_s + S} \quad (6)$$

La fermentation alcoolique est caractérisée par la production d'un métabolite fortement inhibiteur partiellement couplé à la croissance. En règle générale, on considère, comme Luedeking et Piret [28], qu'il existe une relation linéaire entre le taux de production spécifique de métabolite v_p et le taux de croissance μ du type :

$$v_p = \alpha \mu + \beta \quad (7)$$

On considère que l'effet inhibiteur porte essentiellement sur le taux de croissance μ . La variation de μ avec la concentration en métabolite P peut être décrite par une relation linéaire [19]

$$\mu = \mu_{\max} (1 - aP) \quad (8)$$

par une relation hyperbolique du type inhibition non compétitive [22] :

$$\mu = \mu_{\max} \frac{K_p^i}{K_p^i + P} \quad (9)$$

ou du type exponentiel [1] :

$$\mu = \mu_{\max} e^{-k_i P} \quad (10)$$

En utilisant les développements limités, Roels et Kossen ont montré que ces trois relations sont comparables.

D'autres notions peuvent être considérées pour traduire l'effet inhibiteur du métabolite produit. Ainsi Holzberg et Coll. [20], ont été les premiers à introduire la notion de concentration limite en éthanol. Ultérieurement, Bazua et Wilke [7], ont montré que le taux de croissance et le taux spécifique de production d'éthanol pouvaient être décrits chacun par une loi hyperbolique du type inhibition compétitive, les constantes d'inhibition étant différentes dans les deux cas.

Ghose et Tyagi [14] ont trouvé que v_p et μ variaient chacun linéairement avec la concentration en éthanol et ont proposé de décrire la production d'éthanol par :

$$V_p = V_m \left(1 - \frac{P}{P'_c} \right) \quad (11)$$

et le taux de croissance par :

$$\mu = \mu_{\max} \left(1 - \frac{P}{P'_c} \right) \quad (12)$$

P_c et P'_c étant deux concentrations critiques en éthanol. Observons que lorsque $P = P_c$, le taux de croissance est nul et lorsque P devient supérieur à P_c , le taux de croissance est négatif et la cinétique de décès est prépondérante vis à vis de la cinétique de croissance. Ces deux auteurs ont observé que P'_c est toujours plus grand que P_c , ce qui indique que la capacité fermentaire, définie comme la capacité, du milieu à produire de l'alcool, est moins inhibée que la capacité de croissance. Harrison [18] travaillant avec des levures du type *Saccharomyces Sake* aboutit à une description mathématique identique à celle de Bazua et Wilke et prouve aussi que l'activité fermentaire est moins sensible à l'inhibition que la croissance.

Roels et Kossen [43] pour tenir compte des deux effets : limitation par manque de substrat et inhibition par le produit proposent un modèle multiplicatif [22].

Au début de nos travaux, nous avons testé plusieurs modèles multiplicatifs développés dans la littérature. Leur caractéristique principale étant de suivre la formule de Ierusalimski [23], [24].

Parmi ces modèles étudiés citons :

$$\mu = \mu_{\max} \frac{S}{S + K_s} \frac{K_p}{K_p + P} \quad (13) \text{ modèle de Monod Yaverenko [51].}$$

$$\mu = \mu_{\max} \frac{K_{is}}{K_{is} + S_0} \frac{S}{S + K_s} \frac{K_p}{K_p + P} \quad (14)$$

$$\mu = \mu_{\max} \frac{S}{S + K_s} \frac{K_{ps}}{K_{ps} + P} \frac{K_{pd}}{K_{pd} + P} \quad (15)$$

Les paramètres K_{ps} et K_{pd} modélisent indirectement la cinétique d'excretion de l'éthanol.

Mais ces représentations du taux de croissance s'avèrent mal adaptées dans le cas où la concentration en produit est importante. Pour les résultats expérimentaux dont nous disposons l'inhibition par l'éthanol ne peut pas se traduire uniquement par une relation hyperbolique.

I. 2. 5 - MODELE DE CROISSANCE PROPOSE :

Les résultats de Bazua et Wilke, de Ghose et Tyagi ne sont pas transposables à notre système directement, puisqu'on observe (figure I. 3) une phase de déclin et décès des cellules sensible aux fortes concentrations initiales en substrat et une variation hyperbolique du taux de croissance, en fonction de la concentration en éthanol. Si l'on considère que lorsque le taux de croissance devient négatif la concentration en éthanol est P_L , au delà de cette concentration, la production de métabolite s'effectue par des cellules apparemment nonproliférantes (compétition croissance-décès) (figure I. 2) Ceci nous amène à modifier la loi d'inhibition non compétitive en introduisant un terme I de la forme :

$$I = \left(1 - \frac{P}{P_L} \right) \quad (16)$$

qui rend compte de la possibilité de décès des cellules.

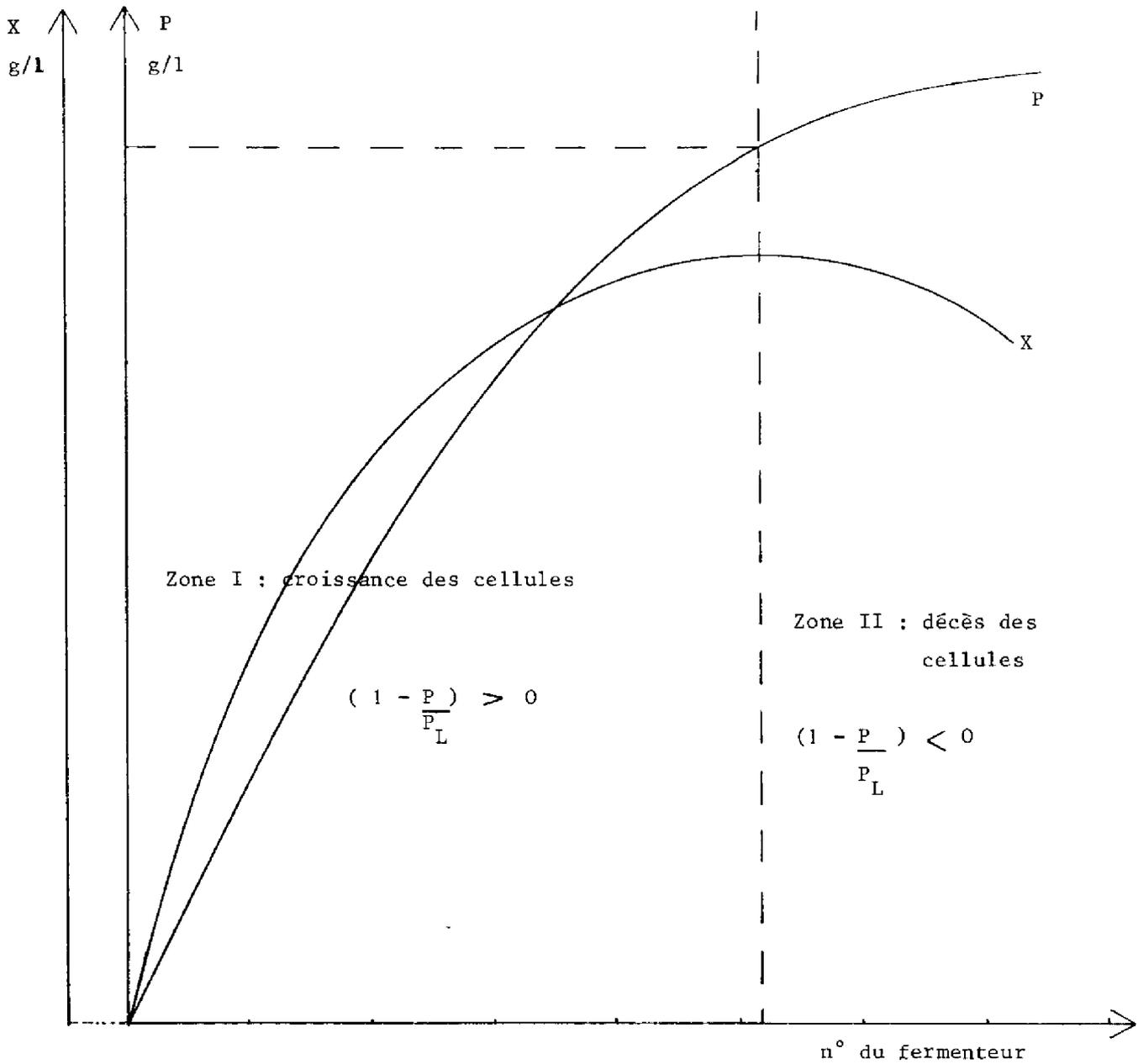


FIGURE 1. 2 : Evolution de la croissance en micro-organismes et en éthanol, en régime permanent, en fonction du numéro du fermenteur.

Dans la zone I : la production d'alcool est due principalement aux cellules proliférantes.

Dans la zone II : la production d'alcool est due aux cellules apparemment non proliférantes.

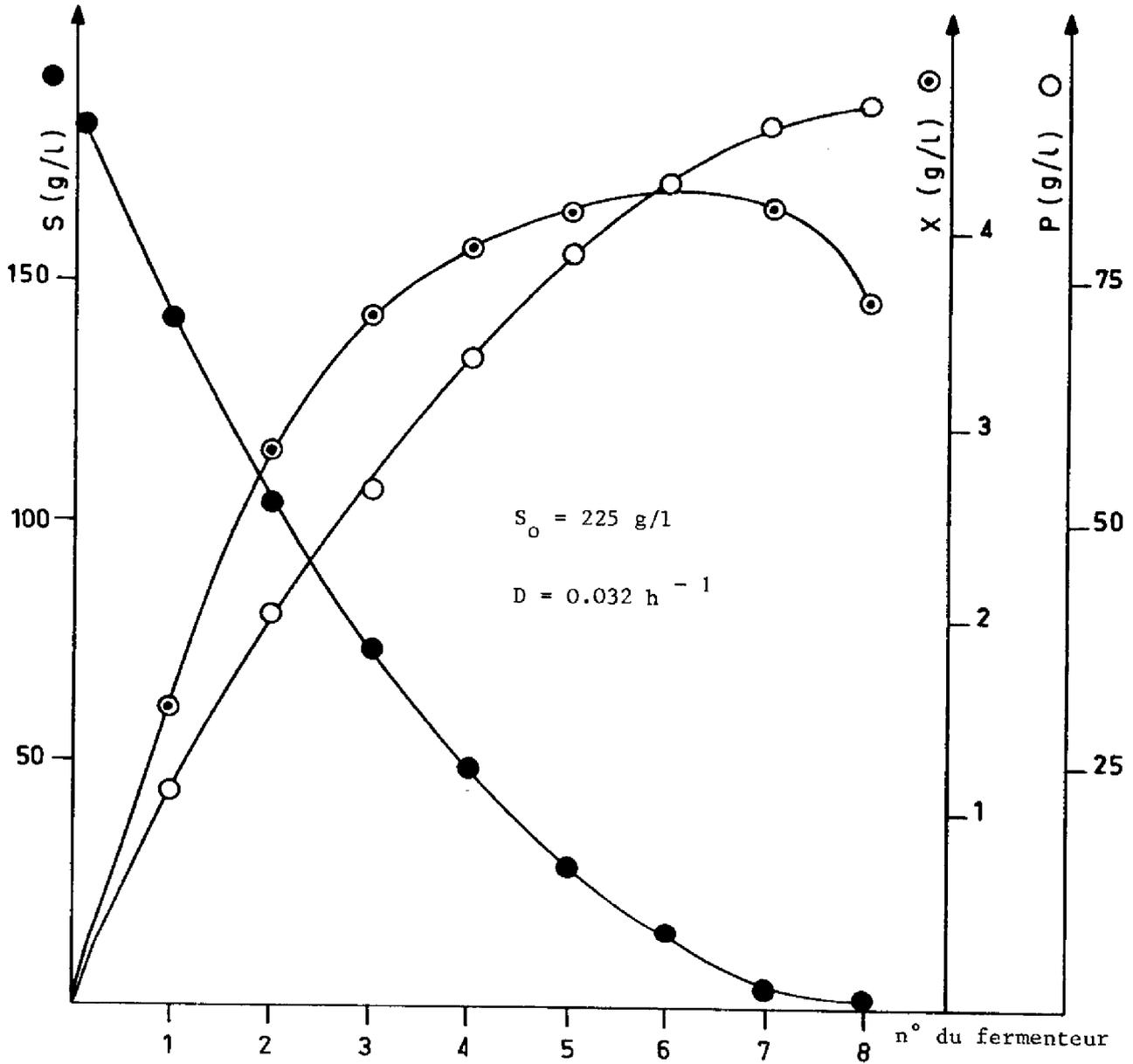


FIGURE 1. 3 : Evolution des concentrations en X, S, P en fonction du numéro du fermenteur. Résultats expérimentaux.

Aux faibles concentrations en substrat à l'entrée, ce phénomène n'apparaît pas, car la concentration en éthanol demeure inférieure à P_L et la limitation de croissance est due alors au manque de substrat.

Ceci nous amène à proposer de décrire l'inhibition par l'éthanol durant la fermentation alcoolique par la relation suivante :

$$\mu = \mu_{\max} \frac{K_p}{K_p + P} \left(1 - \frac{P}{P_L} \right) \quad (17)$$

Si, de plus, on tient compte de la limitation par le manque de substrat (6), la relation (17) devient :

$$\mu = \mu_{\max} \frac{S}{S + K_s} \frac{K_p}{K_p + P} \left(1 - \frac{P}{P_L} \right) \quad (18)$$

qui est le modèle de croissance retenu pour notre étude.

I. 3 - MODELISATION DE LA PRODUCTION D'ALCOOL :

S'il existe un grand nombre de modèles représentant le taux de croissance, il n'en est pas de même de la description de la production des métabolites.

Lorsque le substrat est stoechiométriquement transformé en produit, le taux de production spécifique de métabolite est proportionnel au taux de croissance ; nous avons :

$$V_p = \alpha \mu \quad (19)$$

D'autre part, nous avons vu que lorsque le taux de croissance devient nul ($P = P_L$), la production de métabolite s'effectue par des cellules apparemment non proliférantes ; il s'en suit :

$$V_p = \beta \quad (20)$$

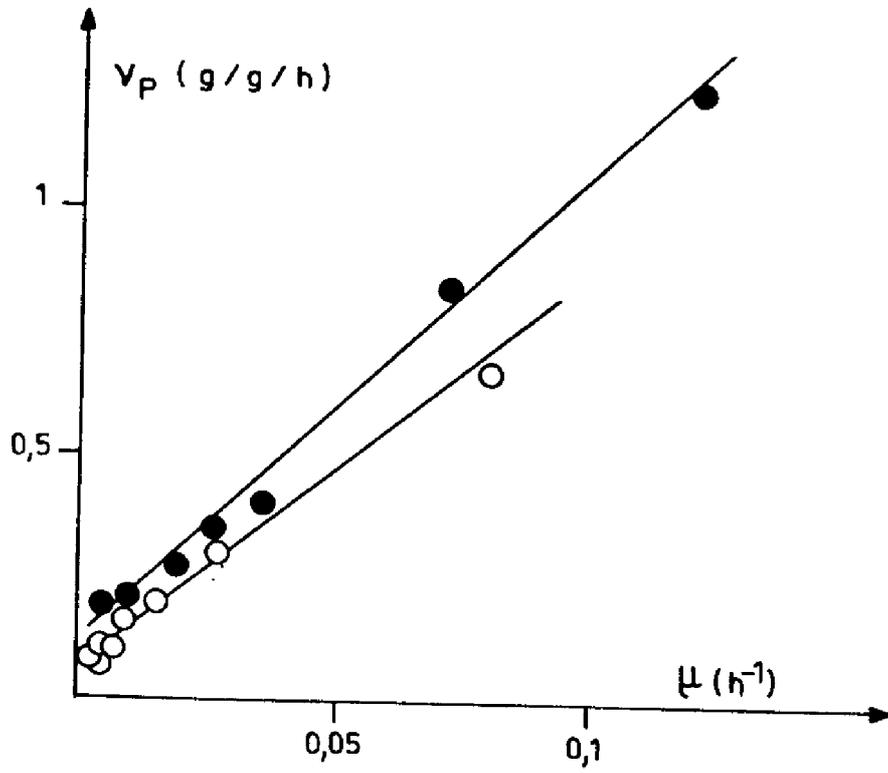


FIGURE 1. 4 : Evolution de V_p en fonction de μ

donc \mathcal{V}_p peut s'écrire :

$$\mathcal{V}_p = \alpha \mu + \beta \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \mathcal{V}_p = \alpha \mu + \beta & \text{si } \mu \geq 0 \\ \mathcal{V}_p = \beta & \text{si } \mu < 0 \end{cases} \quad (21)$$

Nous retrouvons la relation de Luedeking et Piret [28].

Deux courbes expérimentales représentant la vitesse spécifique en fonction du taux de croissance [32] sont portées sur la figure 1.4 : la relation linéaire entre \mathcal{V}_p et μ est bien vérifiée.

Si nous utilisons les notations du paragraphe I, 2. 1 : nous pouvons considérer que pour un réacteur fonctionnant en continu, l'excrétion d'éthanol peut être décrite par la relation :

$$\frac{dP}{dt} = D (P_o - P) + r_p \quad (22)$$

$$\text{avec } r_p = (\alpha \mu + \beta) X \quad (23)$$

I. 4 - MODELISATION DE LA DEGRADATION DU SUBSTRAT :

La consommation du substrat peut être décrite en utilisant les relations bilans développées par Goma et Coll. [15].

Il y a trois types de consommation du substrat dans les fermentations qui produisent des métabolites :

. D'une part, la consommation nécessaire à l'élaboration de cellules nouvelles ou synthèse de la biomasse : $\left(\frac{dS}{dt}\right)_x$;

. D'autre part, la consommation nécessaire à la production de métabolites : $\left(\frac{dS}{dt}\right)_p$;

. Ensuite la consommation de substrat nécessaire au maintien des cellules dans un état viable : $\left(\frac{dS}{dt}\right)_m$.

Si on appelle $\left(\frac{dS}{dt}\right)_G$ la quantité globale de substrat consommé nous pouvons écrire :

$$\left(\frac{dS}{dt}\right)_G = \left(\frac{dS}{dt}\right)_X + \left(\frac{dS}{dt}\right)_P + \left(\frac{dS}{dt}\right)_m \quad (24)$$

Y_x le taux de conversion limite du substrat en biomasse étant défini par :

$$Y_x = \frac{\frac{dX}{dt}}{\left(\frac{dS}{dt}\right)_X} \quad (25)$$

Y_p : taux de conversion du substrat en métabolite de concentration P.

$$Y_p = \frac{\frac{dP}{dt}}{\left(\frac{dS}{dt}\right)_P} \quad (26)$$

et le coefficient de maintenance :

$$\left(\frac{dS}{dt}\right)_m = mX \quad (27)$$

l'équation (24) devient :

$$\left(\frac{dS}{dt}\right)_G = \frac{1}{Y_x} \frac{dX}{dt} + \frac{1}{Y_p} \frac{dP}{dt} + mX \quad (28)$$

Des études expérimentales menées en laboratoire, à l'I. N. S. A. T., ont montré que le terme de maintenance, dont l'existence même n'est pas universellement admise chez les biologistes, était pratiquement négligeable devant les autres. Nous retenons donc comme modèle de dégradation du substrat, la relation :

$$\frac{dS}{dt} = \frac{1}{Y_x} \frac{dX}{dt} + \frac{1}{Y_p} \frac{dP}{dt} \quad (29)$$

ou si r_s est la vitesse de dégradation du substrat,

$$r_s = \frac{1}{Y_x} r_x + \frac{1}{Y_p} r_p \quad (30)$$

I, 5 - DESCRIPTION DU COMPORTEMENT D'UN ENSEMBLE DE HUIT REACTEURS
INFINIMENT MELANGES EN SERIE :

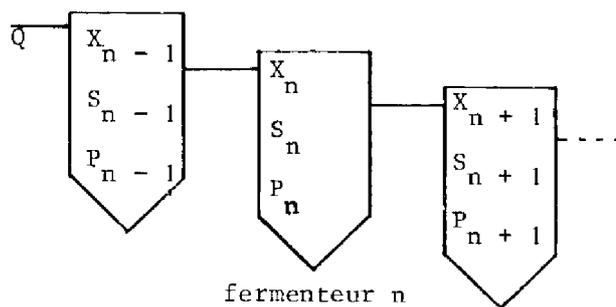
Nous avons décrit l'accroissement en micro-organisme, la vitesse de production de métabolite et la consommation du substrat en discontinu respectivement par les relations :

$$r_x = \frac{dX}{dt} = \mu X \quad \text{avec} \quad \begin{cases} X(t_0) = X_d \\ S(t_0) = S_d \\ P(t_0) = 0 \end{cases} \quad (31)$$

$$r_p = \frac{dP}{dt} = \alpha \mu X + \beta X \quad (32)$$

$$r_s = \frac{dS}{dt} = \frac{1}{Y_x} (\mu X) + \frac{1}{Y_p} (\alpha \mu X + \beta X) \quad (33)$$

Dans le cas d'un réacteur multiétage constitué de 8 réacteurs identiques, de volume V, parfaitement mélangés placés en série, on peut écrire, si l'on utilise les notations portées sur le schéma suivant :



et en posant $D = \frac{Q}{V}$

$$\left(\frac{dX}{dt}\right)_n = D [X_n - 1 - X_n] + \mu_n X_n \quad (34)$$

$$\left(\frac{dP}{dt}\right)_n = D [P_n - 1 - P_n] + \alpha \mu_n X_n + \beta X_n \quad (35)$$

$$\left(\frac{dS}{dt}\right)_n = D [S_n - 1 - S_n] - \frac{\mu_n X_n}{Y_x} - \frac{\alpha \mu_n + \beta}{Y_p} X_n \quad (36)$$

$$\text{avec } \mu_n = \mu_{\max} \frac{S_n}{S_n + K_s} \frac{K_p X_n}{K_p + P_n} \left(1 - \frac{P_n}{P_L}\right) \quad (37)$$

on distingue :

$$\text{le vecteur d'état } \underline{Y}_n^T = [X_n, P_n, S_n]$$

$$\text{le vecteur de commande } \underline{u}^T = [D, S_0]$$

le vecteur de paramètres à identifier :

$$\underline{q}^T = [\mu_{\max}, K_p, K_s, P_L, Y_x, Y_p, \alpha, \beta]$$

Nous avons principalement étudié le fonctionnement en continu du réacteur multiétage. Quand le système a atteint le régime d'équilibre, les variations du vecteur d'état sont nulles et le modèle devient :

$$D [X_n - 1 - X_n] + \mu_n X_n = 0 \quad (38)$$

$$D [P_n - 1 - P_n] + \alpha \mu_n X_n + \beta X_n = 0 \quad (39)$$

$$D [S_n - 1 - S_n] - \frac{\mu_n X_n}{Y_x} - \frac{\alpha \mu_n + \beta}{Y_p} X_n = 0 \quad (40)$$

1. 6 - CONCLUSION :

Dans ce chapitre, à partir de résultats empiriques et de modèles de croissance plus ou moins récents, nous avons élaboré un modèle décrivant de façon satisfaisante, comme nous le verrons ultérieurement, les phénomènes observés : croissance des micro-organismes, disparition du substrat et production de métabolite. De plus, il rend

compte de la phase de décroissance des levures observée expérimentalement, à l'aide d'une relation du type saturation au niveau du métabolite formé.

Nous nous sommes limités tout au long de ces travaux, à l'étude d'un modèle représentatif du comportement macroscopique des micro-organismes. Aussi, il est certain qu'il est incomplet : la variation des paramètres pour des conditions opératoires identiques ne peut en être déduite. Il ne traduit pas certains phénomènes connus, internes aux micro-organismes, contrairement à quelques modèles biomathématiques beaucoup plus complets, développés par les biochimistes, mais leur application à la commande en temps réel paraît trop difficile, vu le nombre de paramètres à prendre en compte.

Cependant, ce travail est complété par une étude biochimique sur l'excrétion de l'éthanol. En effet, à l'image de tout être vivant, le comportement d'un micro-organisme est régi par de multiples réactions internes, qui font intervenir les concentrations et les flux de substrat et produit entre la cellule et le milieu extérieur. Aussi pensons-nous qu'il est intéressant d'étudier du point de vue biochimique, la cinétique d'excrétion de l'éthanol en prenant en compte des variations de P_c et P_s (respectivement alcool intracellulaire et exocellulaire), de manière à tenir compte des couplages entre les transports d'éthanol diffusionnels et apparemment actifs. Ceci, impliquant une étude simultanée des phénomènes physiologiques et des comportements dynamiques, permettrait de localiser, plus sûrement, l'inhibition par l'éthanol.

Le modèle retenu, relie les variables d'état du système (X , S , P , qui sont accessibles par des mesures en ligne), au vecteur de commande (D , S_0). Il ne comprend que peu de paramètres, car il est nécessaire de réaliser l'identification en ligne, certains d'entre eux étant susceptibles d'évoluer au cours du temps.

CHAPITRE II

IDENTIFICATION

II, 1 - INTRODUCTION :

Un des problèmes essentiels de l'optimisation des bio-réacteurs, est l'identification du système. Identifier ces processus, c'est déterminer la valeur des paramètres, intervenant dans le modèle, qui décrivent d'une manière aussi satisfaisante que possible, l'évolution des différentes concentrations.

Pour cela, nous disposons de nombreuses méthodes, dont la plupart ont été appliquées aux processus de fermentation [41] [37] [29] [9]. Nous avons choisi une méthode d'identification paramétrique dite méthode du modèle. Elle consiste, à partir d'un modèle mathématique avec des valeurs quelconques (mais pas trop éloignées cependant des valeurs réelles) des paramètres, et à l'améliorer itérativement, en faisant évoluer les paramètres pour minimiser une fonctionnelle de l'écart entre la sortie du processus et la sortie du modèle.

Nous présentons l'identification avant la description du système, car comme nous l'avons dit en introduction, elle s'appuie sur des résultats expérimentaux antérieurs provenant d'une autre unité pilote mais du même type que celle que nous avons automatisée. Cependant, les résultats de l'identification restent valables pour notre pilote, car dans ce type de réacteur, fonctionnant à hydrodynamique contrôlée, (pas d'influence des turbulences et température contrôlée) les limitations ne sont pas liées aux fermenteurs. On mesure les cinétiques intrinsèques biologiques.

Nous avons vu dans le chapitre précédent que nous disposions d'un certain nombre d'informations qui ont permis de fixer une structure de modèle dépendant de paramètres. Nous décrirons ici, après un bref rappel, sur "la méthode du modèle", les techniques ou simplifications que nous avons adoptées pour déterminer le vecteur de paramètres. A la fin du chapitre, nous présentons également, une étude de sensibilité du modèle par rapport aux paramètres.

II, 2 - IDENTIFICATION PARAMETRIQUE :

II, 2. 1 - PRINCIPE DE LA METHODE [42] :

Nous avons modélisé le processus sous forme d'équations d'état :

$$\dot{\underline{y}}_n = f(\underline{y}_n, \underline{q}, \underline{u}) \quad (1)$$

\underline{y}_n = vecteur d'état qui se confond avec le vecteur de sortie,

\underline{q} = vecteur de paramètres,

$$\dot{\underline{y}}_n = \begin{bmatrix} \dot{X}_n \\ \dot{S}_n \\ \dot{P}_n \end{bmatrix}$$

\underline{u} = vecteur de commande

Dans le cas d'un réacteur fonctionnant en discontinu, le modèle mathématique fournit un vecteur de sortie à chaque instant, pris sur l'horizon $[t_o, t_f]$, à partir d'une sortie initiale \underline{y}_o . Si on appelle \underline{y}_m le vecteur de sortie réel du processus (la lettre m rappelant qu'il s'agit de valeurs mesurées), notre problème est de déterminer le vecteur $\hat{\underline{q}}$ correspondant à \underline{q} , tel que la sortie du modèle \underline{y} soit voisine de la sortie du processus \underline{y}_m .

Comme dans la quasi-totalité des études d'identification, nous avons choisi un critère quadratique :

$$J = \int_{t_o}^{t_f} [\underline{y}_m - \underline{y}]^T Q [\underline{y}_m - \underline{y}] dt \quad (2)$$

Q : matrice de pondération définie positive et diagonale

$$\underline{y}_m = \begin{bmatrix} X_m \\ S_m \\ P_m \end{bmatrix}$$

$[]^T$: symbole de transposition.

Le principe de l'identification par la méthode du modèle peut être représenté par la figure 2. 1 :

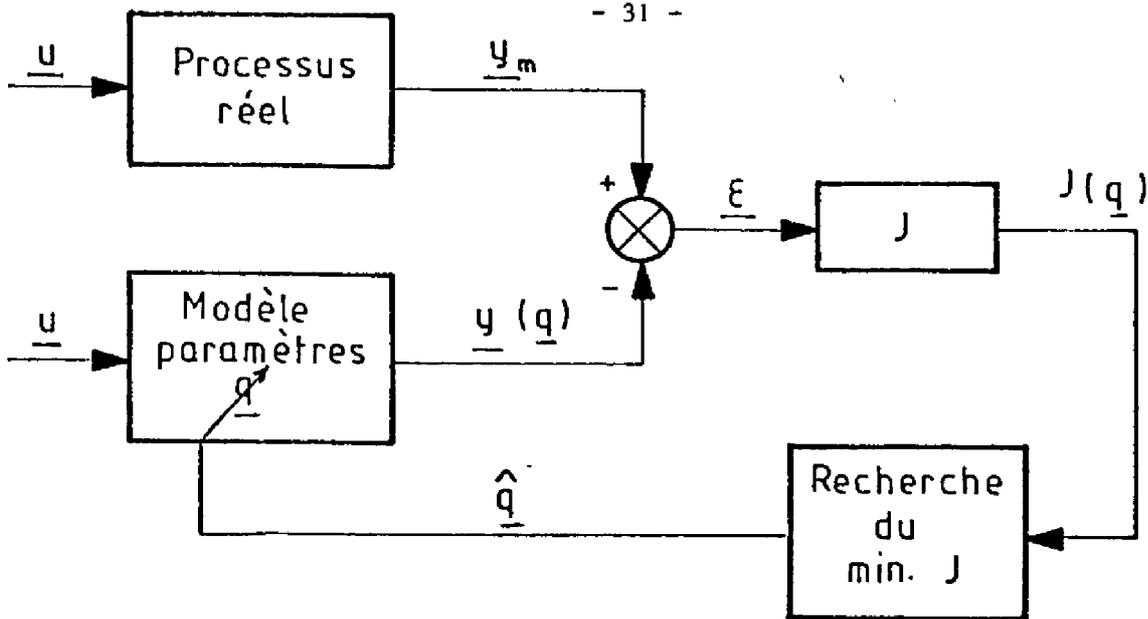


FIGURE 2. 1 : Méthode du modèle

II. 2. 2 - CHOIX DU CRITERE :

En général, dans les études expérimentales, le vecteur de sortie y_m du processus, n'est pas mesuré de manière continue, mais à des instants régulièrement espacés. Le critère se présente alors comme une somme discrète au lieu d'une intégrale :

$$J = \sum_{i=1}^N [y_m(t_i) - y(t_i)]^T Q [y_m(t_i) - y(t_i)] \quad (3)$$

En ce qui nous concerne, nous nous sommes intéressés au régime permanent d'un réacteur constitué de huit fermenteurs en cascade. Ces fermenteurs peuvent être considérés comme la discrétisation spatiale d'un réacteur tubulaire ayant un fonctionnement "piston" [cf : II 2. 3. 2.] .

Le critère devient alors :

$$J = \sum_{n=1}^8 [y_{m_n} - y_n]^T Q [y_{m_n} - y_n] \quad (4)$$

\underline{y}_n = concentrations dans l'étage n

$$\underline{y}_n = \begin{bmatrix} X_n \\ S_n \\ P_n \end{bmatrix}$$

Nous avons choisi une matrice Q diagonale de la forme :

$$Q = \begin{bmatrix} a & 0 & 0 \\ 0 & b & 0 \\ 0 & 0 & c \end{bmatrix}$$

Le critère peut s'écrire :

$$J = \sum_{n=1}^8 a (X_{m_n} - X_n)^2 + b (S_{m_n} - S_n)^2 + c (P_{m_n} - P_n)^2 \quad (5)$$

Les coefficients a, b, c de la matrice de pondération ont été déterminés de manière à rendre comparable l'influence des trois concentrations :

$$a = \frac{50}{x_{\max}}, \quad b = \frac{1}{S_{\max}}, \quad c = \frac{1}{P_{\max}}$$

Le modèle choisi n'étant qu'une approximation du processus réel, nous n'aurons pas identité entre les vecteurs \underline{y}_m et \underline{y} . De plus, les variables mesurées sont entachées de bruits ; ainsi nous ne cherchons pas à annuler le critère J mais à le minimiser.

II. 2. 3 - DIVERS PRINCIPES DE MISE EN OEUVRE DE LA METHODE :

II. 2. 3. 1 - INTRODUCTION :

Le modèle mathématique développé dans le premier chapitre est, en régime permanent :

$$D [X_{n-1} - X_n] + \mu_n X_n = 0 \quad (6)$$

$$D [S_{n-1} - S_n] - \left(\frac{\mu_n}{Y_x} + \frac{\alpha \mu_n + \beta}{Y_p} \right) X_n = 0 \quad (7)$$

$$D [P_{n-1} - P_n] + (\alpha \mu_n + \beta) X_n = 0 \quad (8)$$

$$\text{avec } \mu_n = \mu_{\max} \frac{S_n}{S_n + K_s} \frac{K_p}{K_p + P_n} \left[1 - \frac{P_n}{P_L} \right] \quad (9)$$

nous avons donc, huit paramètres à identifier qui sont :

$$\mu_{\max}, K_p, K_s, P_L$$

$$\alpha, \beta$$

$$Y_x, Y_p$$

En utilisant la méthode du modèle et le même algorithme de recherche de minimum du critère, nous avons développé plusieurs programmes différents par la méthode mathématique de reconstitution de l'état du système.

Dans un premier temps, nous avons développé deux méthodes pour effectuer des essais de modèle de croissance en micro-organismes, sur un ordinateur important (IBM 370/168 du Centre Inter-Régional de Calcul Electronique : C. I. R. C. E.).

Nous nous sommes intéressés par la suite au problème de l'identification en ligne nécessaire pour réaliser la commande numérique et l'optimisation du système. Notre principal objectif a alors été, d'employer une méthode économique en temps de calcul et en occupation mémoire, pour pouvoir être intégrée sans problème dans le logiciel du ordinateur connecté au processus.

De nombreuses méthodes de programmation non-linéaire sont disponibles [8] pour la recherche d'extrema. Nous avons retenu un algorithme basé sur la méthode de Powell [36] [38] en utilisant le principe des directions conjuguées. Elle présente l'avantage de ne pas nécessiter d'informations sur les dérivées premières ou secondes du critère contrairement aux méthodes analytiques. Cette méthode, dans notre cas, est très performante, puisque nous n'observons pratiquement pas de problèmes liés aux blocages sur des arêtes de résolution, contrairement à certains auteurs utilisant des méthodes heuristiques. En dehors de l'utilisation du principe des directions conjuguées, les performances de l'algorithme

que nous utilisons sont dues à ses propriétés d'accélération de convergence, en adaptant le pas de progression lorsqu'une direction optimale a été trouvée.

II. 2. 3. 2 - PREMIERE METHODE :

L'idée de base de cette méthode vient de l'analogie formelle qui existe entre le fonctionnement en transitoire (en fonction du temps) d'un fermenteur homogène et le régime permanent (en fonction de la coordonnée spatiale) d'un réacteur piston [35] dont les réacteurs en cascade ne sont qu'une discrétisation physique [5].

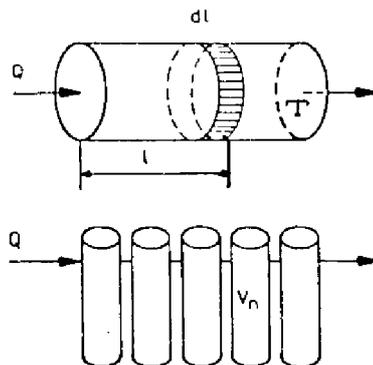


FIGURE 2. 2 : Réacteur cascade assimilé à un piston.

Pour un réacteur homogène fonctionnant en transitoire, les équations sont :

$$\frac{dX(t)}{dt} = r_X \quad (10)$$

$$\frac{dS(t)}{dt} = -r_S \quad (11)$$

$$\frac{dP(t)}{dt} = r_P \quad (12)$$

Le réacteur piston peut être discrétisé en un nombre fini de tranches de volume $v = T \cdot dl$, avec T : surface et l : l'abscisse. Ses équations sont alors :

$$T \, dl \frac{\partial X(1, t)}{\partial t} = Q [X(1 - dl, t) - X(1, t)] + [r_X]_1 \quad (13)$$

$$T \, dl \frac{\partial S(1, t)}{\partial t} = Q [S(1 - dl, t) - S(1, t)] - [r_S]_1 \quad (14)$$

$$T \, dl \frac{\partial P(1, t)}{\partial t} = Q [P(1 - dl, t) - P(1, t)] + [r_P]_1 \quad (15)$$

En régime permanent, en faisant tendre dl vers 0, nous avons :

$$\frac{Q}{T} \frac{dX(1)}{dl} = [r_X]_1 \quad (16)$$

$$\frac{Q}{T} \frac{dS(1)}{dl} = - [r_S]_1 \quad (17)$$

$$\frac{Q}{T} \frac{dP(1)}{dl} = [r_P]_1 \quad (18)$$

La discrétisation des équations (16) à (18) donne :

$$\frac{Q}{T \Delta l} (X_{n-1} - X_n) + [r_X]_n = 0 \quad (19)$$

$$\frac{Q}{T \Delta l} (S_{n-1} - S_n) - [r_S]_n = 0 \quad (20)$$

$$\frac{Q}{T \Delta l} (P_{n-1} - P_n) + [r_P]_n = 0 \quad (21)$$

avec $X_n \triangleq X(n, \Delta t)$

Si on pose $D = \frac{Q}{T \Delta t}$, nous retrouvons les équations (6), (7)

et (8) du fermenteur cascade en régime permanent.

La première méthode d'identification est basée sur l'existence de "pseudo-fermenteurs" entre deux fermenteurs réels (figure 2. 3).

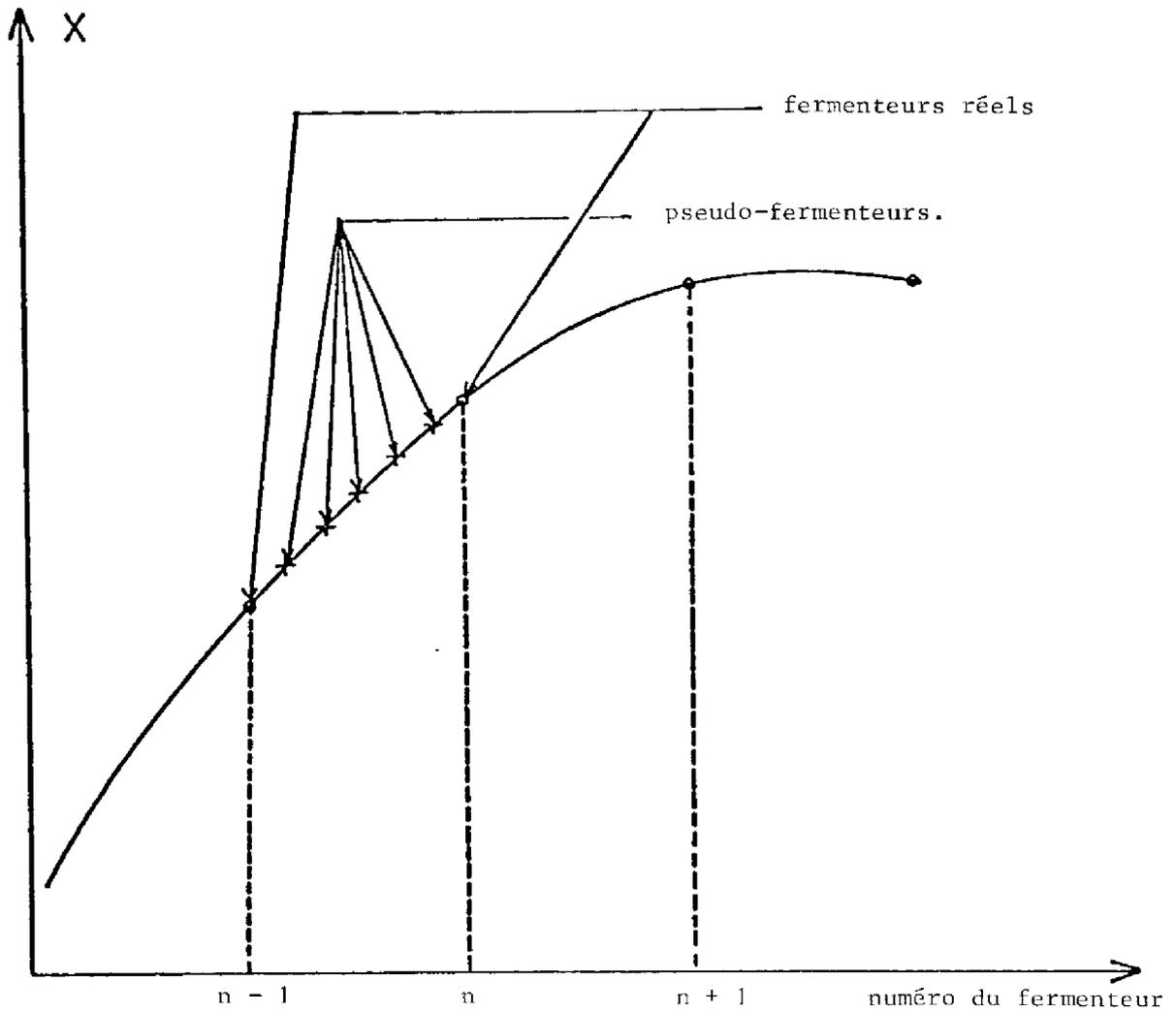


FIGURE 2. 3 : Identification utilisant la méthode des pseudo-fermenteurs.

En utilisant la similitude entre les équations (6), (7), (8) et (19), (20), (21), nous pouvons, arbitrairement, discrétiser plus finement, les courbes d'évolution des concentrations, en considérant un nombre beaucoup plus important de fermenteurs, sans existence réelle, dont l'utilité est de permettre le passage entre deux fermenteurs réels, par une succession d'états intermédiaires.

Le système d'équations (6), (7), (8), (9) n'est pas linéaire et ne peut donc pas être résolu directement. Pour nous affranchir de ce problème, nous avons développé une méthode de calcul de l'état du système, dont le principe est donné sur l'organigramme de la figure 2. 4.

Notons que la connaissance de μ_i permet de calculer une valeur approchée de X_{i+1} puis de S_{i+1} et P_{i+1} , et d'en déduire μ_{i+1} (l'indice i correspondant au $i^{\text{ème}}$ pseudo-fermenteur).

Nous considérons six pseudo-fermenteurs entre deux fermenteurs réels, ce qui, après de nombreux essais, nous a semblé suffisant pour concilier les problèmes de minimisation de l'erreur commise et du temps de calcul.

Nous initialisons le calcul de l'état du réacteur aux valeurs : X_{m_1} S_{m_1} P_{m_1}

Nous donnons P. 39, 40 et 41 les résultats obtenus avec cette méthode, pour une expérience réalisée dans les conditions opératoires suivantes :

- . Température de consigne 30° C
- . pH non contrôlé
- . $D = 0.032 \text{ h}^{-1}$
- . $S_0 = 230 \text{ g/l}$

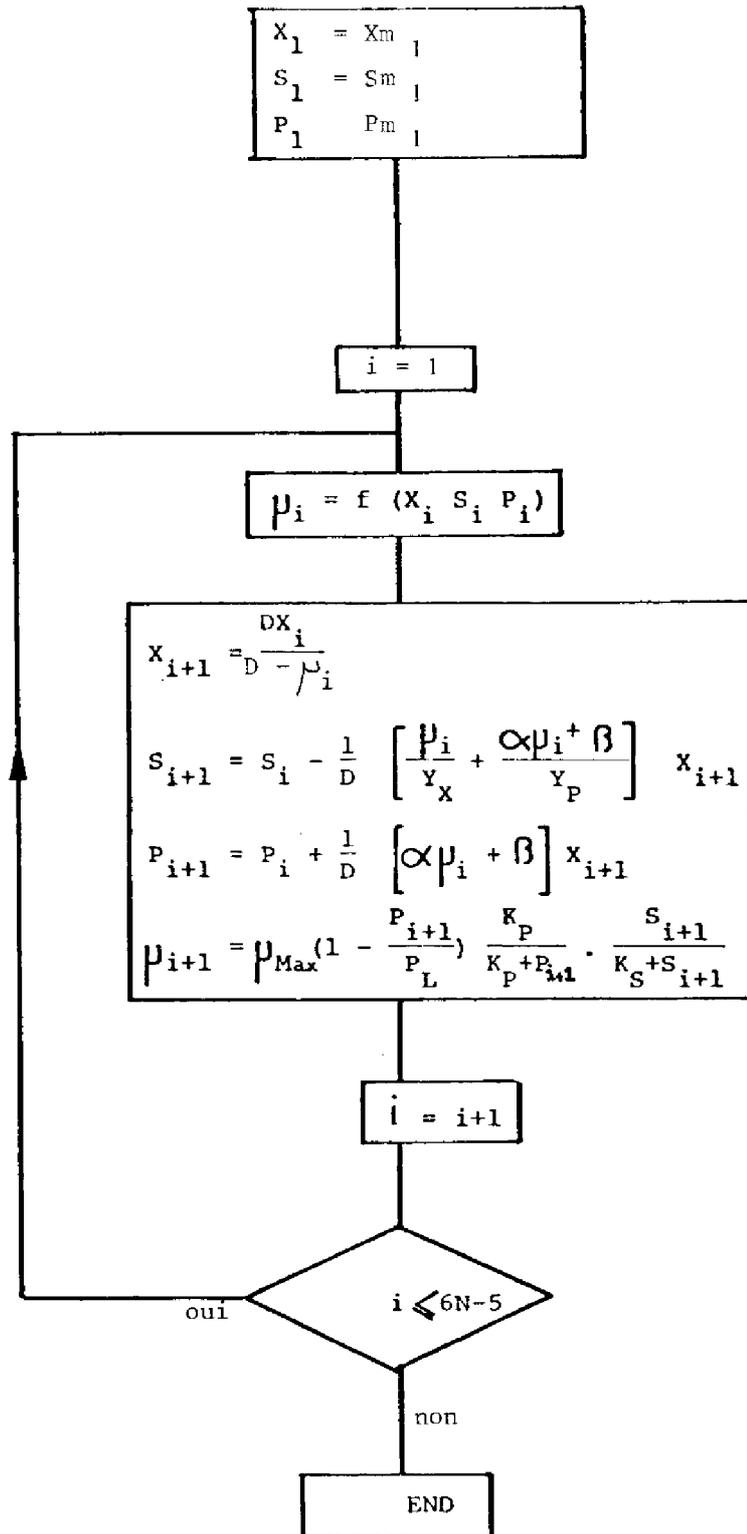


FIGURE 2. 4 : Calcul de l'état du système en utilisant la méthode des pseudo-fermenteurs.

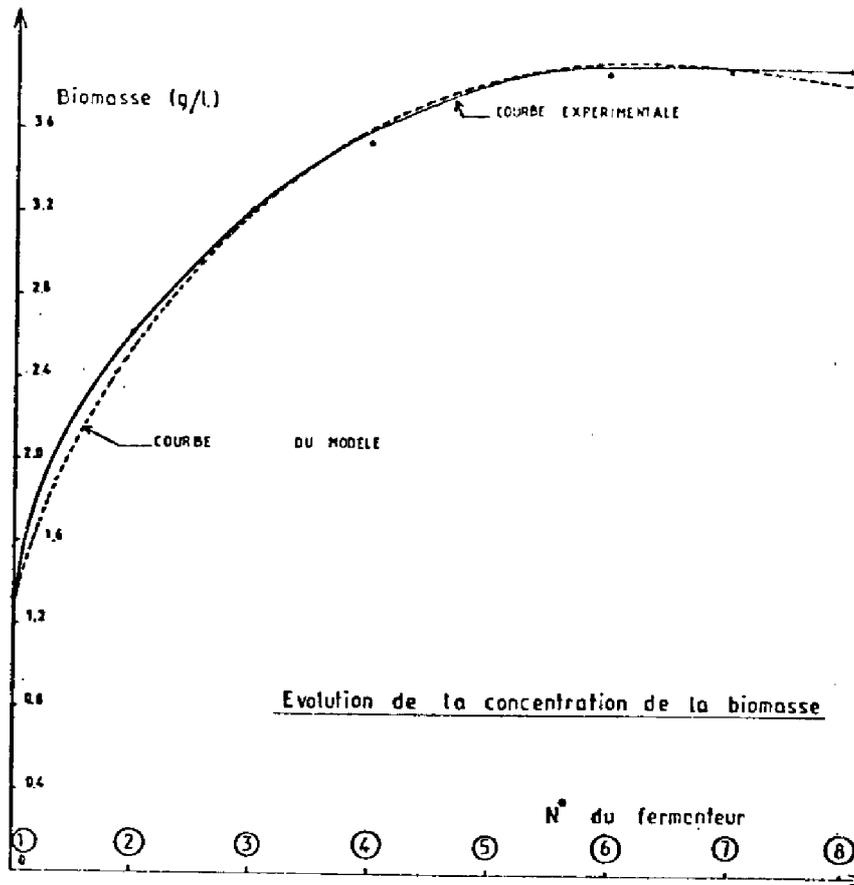


FIGURE 2. 5

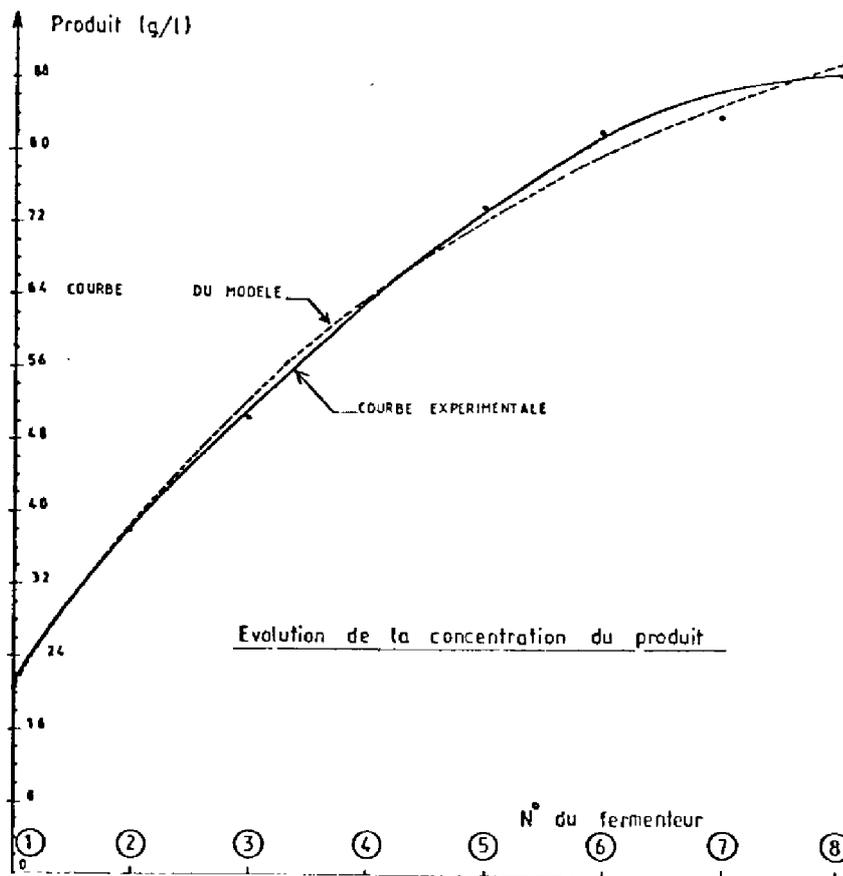


FIGURE 2. 6

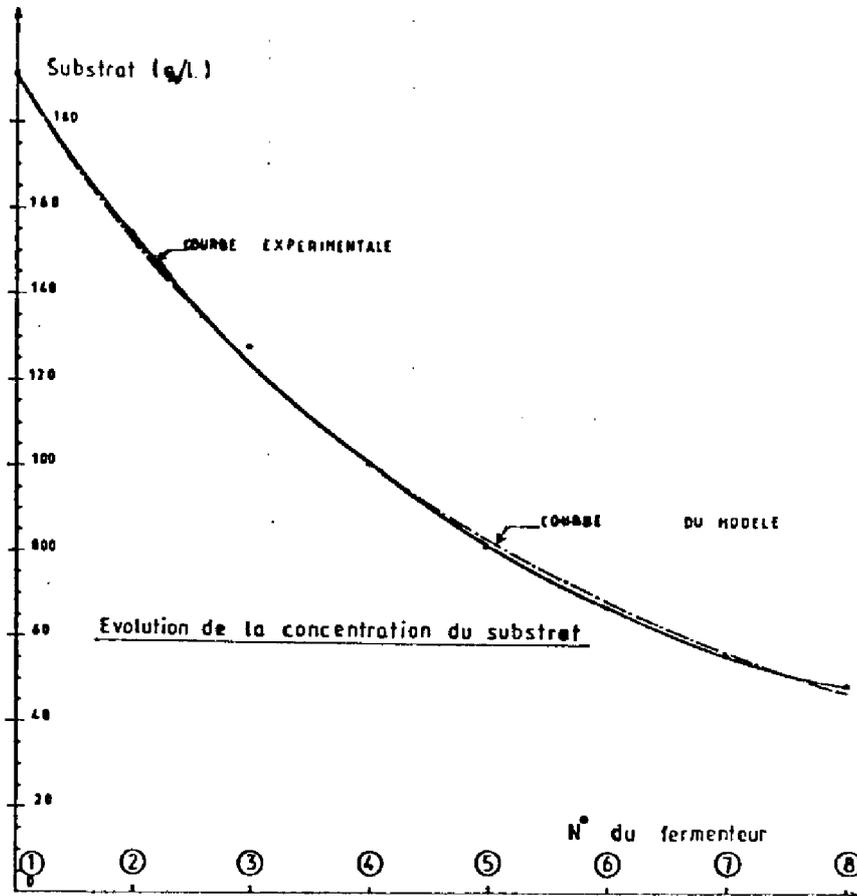


FIGURE 2. 7

RESULTATS DE L'IDENTIFICATION AVEC
PREMIERE METHODE

Xmg/l	Xg/l	Smg/l	S g/l	Pmg/l	P g/l
1.33	1.33	191.0	191.0	20.5	20.5
2.62	2.47	154.0	153.4	38.0	38.2
3.22	3.21	125.0	124.2	50.6	52.1
3.55	3.64	101.0	101.3	63.7	63.1
3.84	3.87	81.5	83.2	74.0	72.0
3.90	3.95	67.3	68.6	82.3	79.2
3.92	3.93	55.8	56.8	84.0	85.0
3.93	3.83	49.0	47.1	88.6	90.0

avec les paramètres :

$$\begin{aligned} \mu_{\max} &= 0.204 \text{ h}^{-1} \\ K_P &= 4.27 \text{ g/l} \\ K_S &= 5.00 \text{ g/l} \\ P_L &= 80.00 \text{ g/l} \\ Y_X &= 0.55 \\ Y_P &= 0.498 \\ \alpha &= 12.65 \\ \beta &= 0.0084 \text{ h}^{-1} \end{aligned}$$

Cette méthode donne de très bons résultats et nous a permis de tester rapidement plusieurs modèles de croissance. Jean-Pierre Bovée a développé [10] une autre méthode, physiquement exacte, mais plus longue en temps de calcul, pour estimer l'erreur que l'on commet en remplaçant dans le système d'équations μ_{n+1} par μ_n .

II. 2. 3. 3 - DEUXIEME METHODE : [10] :

Si nous réécrivons le modèle mathématique de la fermentation continue dans un réacteur cascade, nous obtenons :

$$D [X_{n-1} - X_n] + \mu_n X_n = 0 \quad (22)$$

$$D [P_{n-1} - P_n] + (\alpha \mu_n + \beta) X_n = 0 \quad (23)$$

$$D [S_{n-1} - S_n] - \left(\frac{\mu_n}{Y_X} + \frac{\alpha \mu_n + \beta}{Y_P} \right) X_n = 0 \quad (24)$$

$$\text{avec } \mu_n = \mu_{\max} \frac{S_n}{S_n + K_S} \frac{K_P}{K_P + P_n} \left(1 - \frac{P_n}{P_L} \right) \quad (25)$$

Le taux de croissance μ_n est donc de la forme :

$$\mu_n = f_0(S_n, P_n)$$

De l'équation (22) nous tirons :

$$X_n = \frac{D}{D - \mu_n} X_{n-1} \quad (26)$$

$$\text{Soit } X_n = f(\mu_n, X_{n-1}) \quad (27)$$

Les équations (23) et (24) peuvent se mettre sous la forme :

$$P_n = P_{n-1} + (\alpha\mu_n + \beta) \frac{X_n}{D} \quad (28)$$

$$S_n = S_{n-1} - \left(\frac{\mu_n}{Y_X} + \frac{\alpha\mu_n + \beta}{Y_P} \right) \frac{X_n}{D} \quad (29)$$

donc

$$P_n = f_1(\mu_n, X_n, P_{n-1}) \quad (30)$$

$$S_n = f_2(\mu_n, X_n, S_{n-1}) \quad (31)$$

En explicitant dans (30) et (31) X_n en fonction de μ_n et X_{n-1} d'après (27), nous obtenons un système d'équations de la forme :

$$X_n = f(\mu_n, X_{n-1}) \quad (32)$$

$$P_n = g(\mu_n, X_{n-1}, P_{n-1}) \quad (33)$$

$$S_n = h(\mu_n, X_{n-1}, S_{n-1}) \quad (34)$$

$$\text{avec } \mu_n = f_0(S_n, P_n) \quad (35)$$

(33) et (34) permettent d'écrire (35) sous la forme

$$\mu_n = H(\mu_n, X_{n-1}, S_{n-1}, P_{n-1}) \quad (36)$$

Les équations (32) à (36) constituent un processus récursif où, les valeurs de X_{n-1} , S_{n-1} , P_{n-1} étant calculées au pas précédent, μ_n est déduit de l'équation implicite (36) que l'on peut écrire :

$$\mu_n = F(\mu_n) \quad (37)$$

et que l'on résout par une méthode itérative classique en prenant une suite du type :

$$\mu_n^{i+1} = F(\mu_n^i) \quad (39)$$

Le principe de recherche de la solution est décrit sur la figure 2.8.

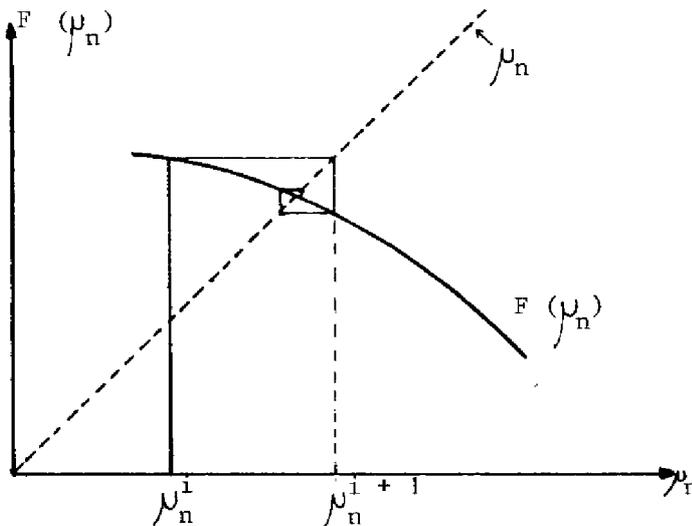


FIGURE 2.8 : Méthode itérative de calcul de μ_n .

Dans le domaine de recherche des racines de l'équation $\mu_n - F(\mu_n) = 0$, nous avons constaté qu'il n'y avait qu'une racine admissible.

L'organigramme donnant le principe de cette deuxième méthode, est représenté sur la figure 2.9.

L'état des huit fermenteurs dépend des paramètres que l'on détermine par la méthode du modèle.

Les résultats obtenus en utilisant cette méthode, sont donnés figures 2.10, 2.11, 2.12, et page 49, pour une manipulation réalisée dans les conditions expérimentales suivantes :

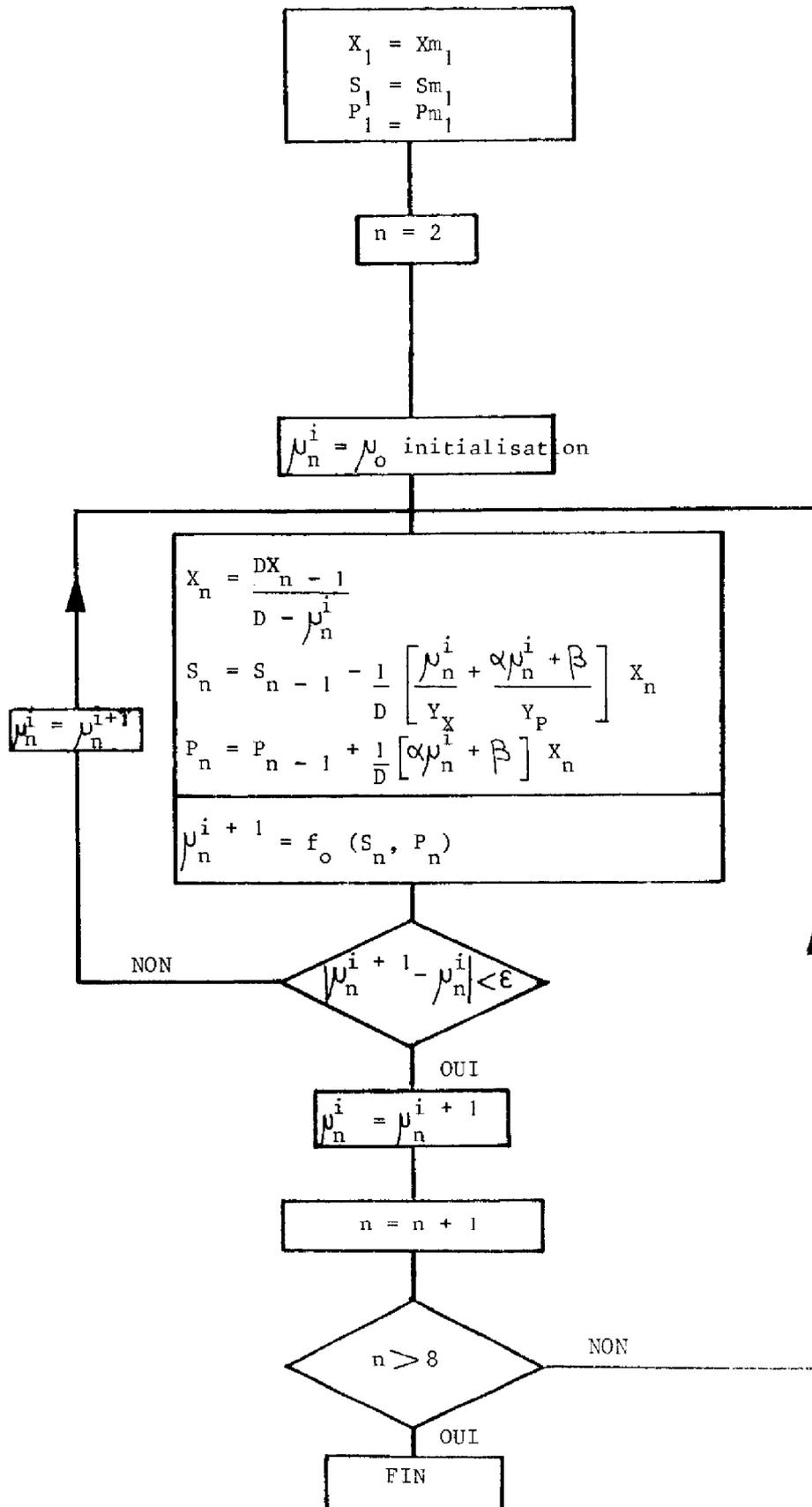


FIGURE 2.9 : Calcul de l'état du système en utilisant la deuxième méthode.

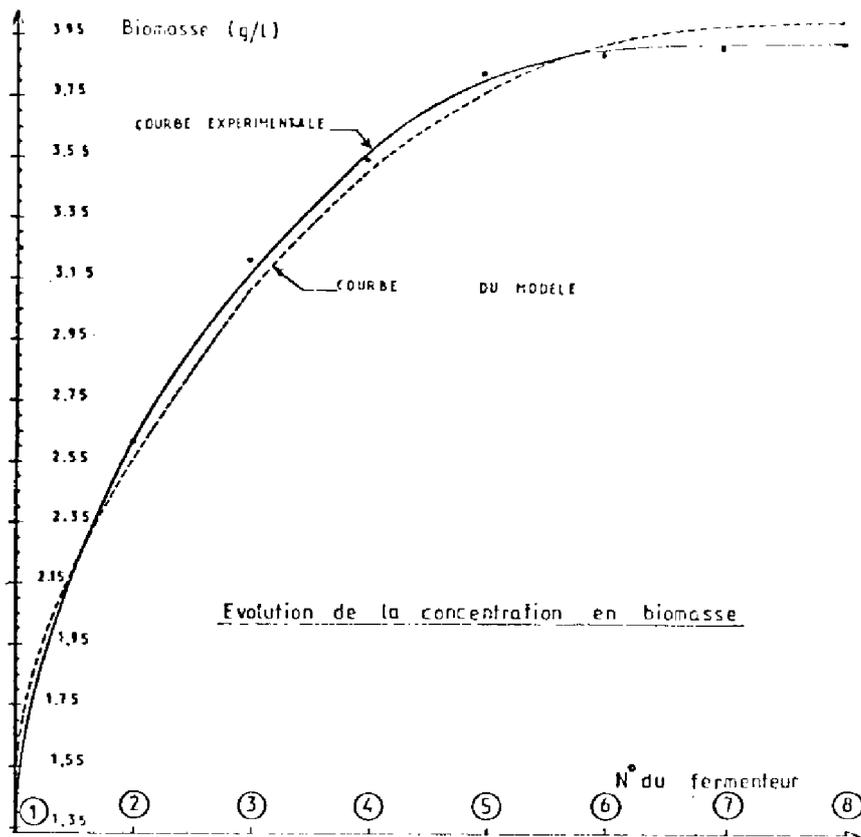


FIGURE 2. 10.

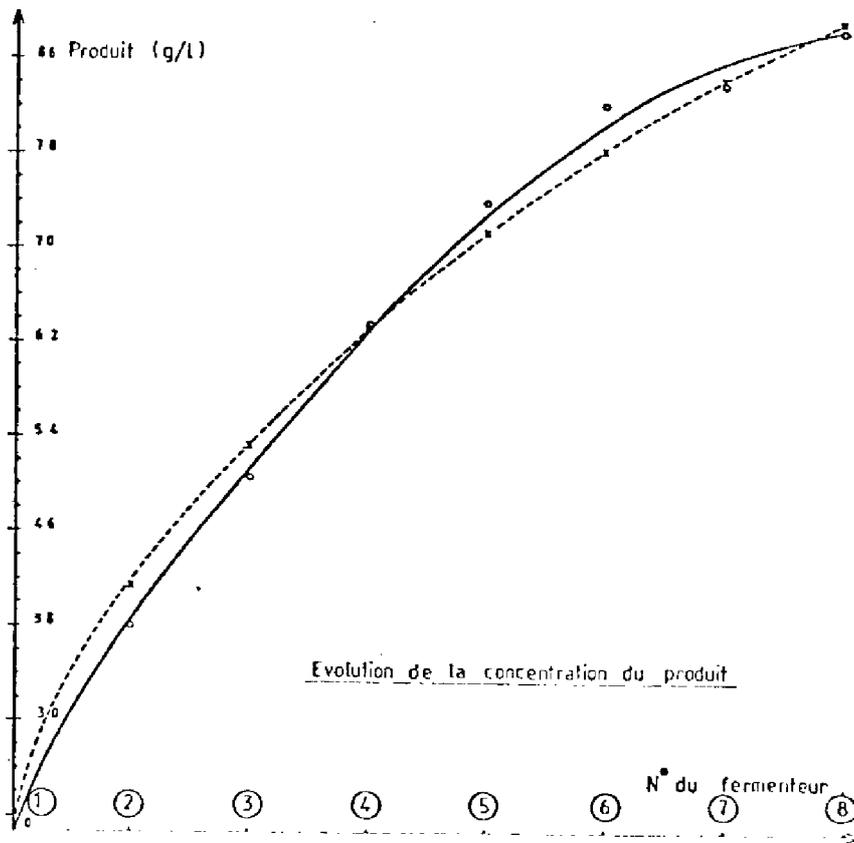


FIGURE 2. 11.

- . Température de consigne 30°C . $D = 0.032 \text{ h}^{-1}$
- . pH non contrôlé . $S_0 = 230 \text{ g/l}$

Comme nous le verrons dans le paragraphe II. 2. 4, cette deuxième méthode de calcul de l'état du système, nous permet de valider la première, puisque les valeurs des paramètres qui minimisent le critère, sont comparables. Mais elle nécessite un temps de calcul trop important, pour être utilisable sur un minicalcateur. Pour effectuer l'identification paramétrique en ligne, nous avons utilisé dans un premier temps, la méthode basée sur les pseudo-fermenteurs, or, nous avons remarqué que le temps de calcul de l'algorithme de recherche de minimum du critère était exponentiellement dépendant du nombre de paramètres. Ceci nous a amené à développer une troisième méthode de calcul de l'état des fermenteurs.

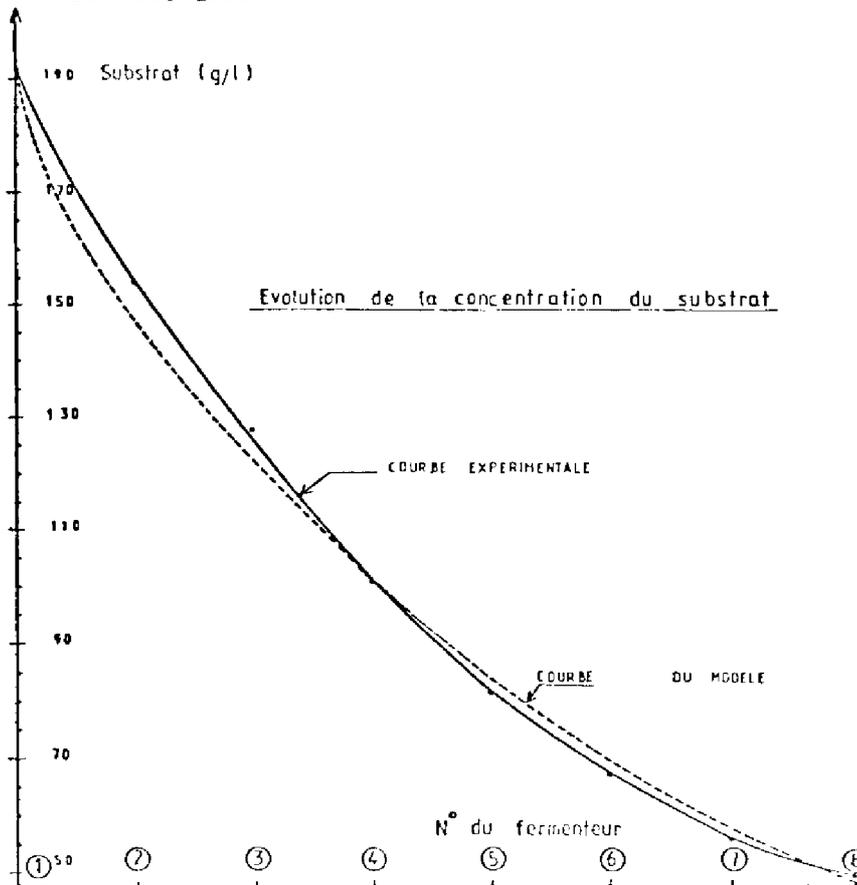


FIGURE 2.12.

RESULTATS DE L'IDENTIFICATION AVEC

DEUXIEME METHODE

Xmg/l	X g/l	Sm g/l	S g/l	Pm g/l	P g/l
1.33	1.33	191.0	191.0	20.5	20.5
2.62	2.53	154.0	149.7	38.0	39.6
3.22	3.15	128.0	123.1	50.6	52.4
3.55	3.57	101.0	101.4	63.7	63.2
3.84	3.81	81.5	83.7	74.0	72.2
3.90	3.93	67.3	69.2	82.3	80.0
3.92	3.96	55.8	57.3	84.0	86.4
3.93	3.92	49.0	47.6	88.6	92.0

$$\mu_{\max} = 0.225 \text{ h}^{-1}$$

$$K_P = 4.06 \text{ g/l}$$

$$K_S = 4.94 \text{ g/l}$$

$$P_L = 88.50 \text{ g/l}$$

$$Y_X = 0.83$$

$$Y_P = 0.50$$

$$\alpha = 13.4$$

$$\beta = 0.08 \text{ h}^{-1}$$

II. 2. 3. 4 - TROISIEME METHODE :

La troisième méthode réalise l'identification paramétrique en trois étapes distinctes en considérant les trois équations du modèle mathématique séparément.

Dans un premier temps, nous effectuons l'identification des paramètres du taux de croissance : μ_{\max} , K_P , K_S , P_L , en calculant

X_n ($n = 1$ à 8), d'après les équations :

$$D \left[X_n - 1 - X_n \right] + \mu_n X_n = 0 \quad (40)$$

$$\text{avec } \mu_n = \mu_{\max} \frac{S_n}{K_S + S_n} \frac{K_P}{K_P + P_n} \left(1 - \frac{P_n}{P_L} \right) \quad (41)$$

Les valeurs numériques des concentrations S_n et P_n qui interviennent dans étant posées égales aux valeurs expérimentales des concentrations : S_{m_n} et P_{m_n} .

Dans la deuxième étape, connaissant X_n et μ_n , nous pouvons calculer P_n et identifier les paramètres α et β à partir des équations :

$$D \left[P_n - 1 - P_n \right] + (\alpha \mu_n + \beta) X_n = 0 \quad (42)$$

La troisième étape correspond à la détermination de Y_X et Y_P figurant dans la relation :

$$D \left[S_n - 1 - S_n \right] - \left(\frac{\mu_n}{Y_X} + \frac{\alpha \mu_n + \beta}{Y_P} \right) X_n = 0 \quad (43)$$

L'organigramme de l'identification utilisant ce principe est représenté sur la figure 2.13. Les résultats obtenus sont donnés sur les figures 2.14, 2.15, 2.16. Pour une expérience effectuée avec :

- . θ de consigne 30° C
- . pH non contrôlée
- . $D = 0.032 \text{ h}^{-1}$
- . $S_o = 230 \text{ g/l}$

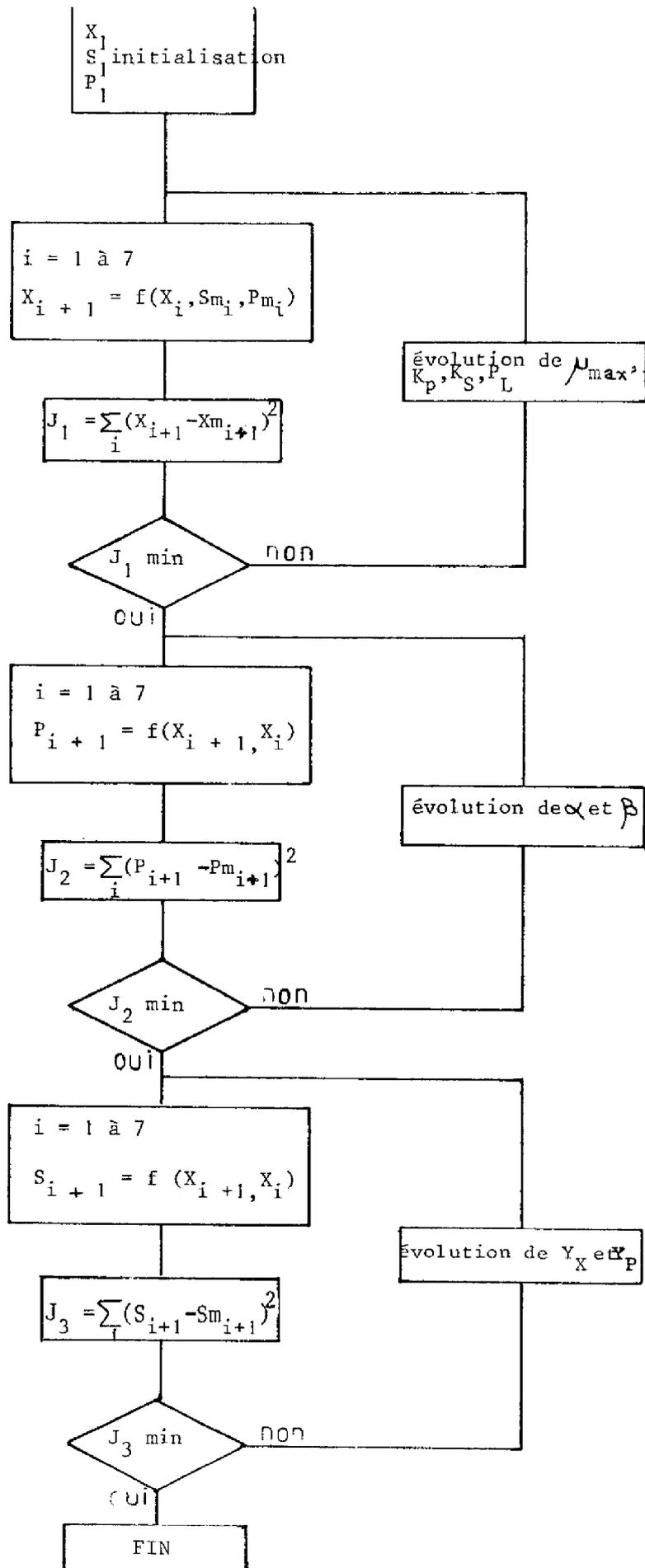


FIGURE 2.13 : Identification paramétrique utilisant la troisième méthode.

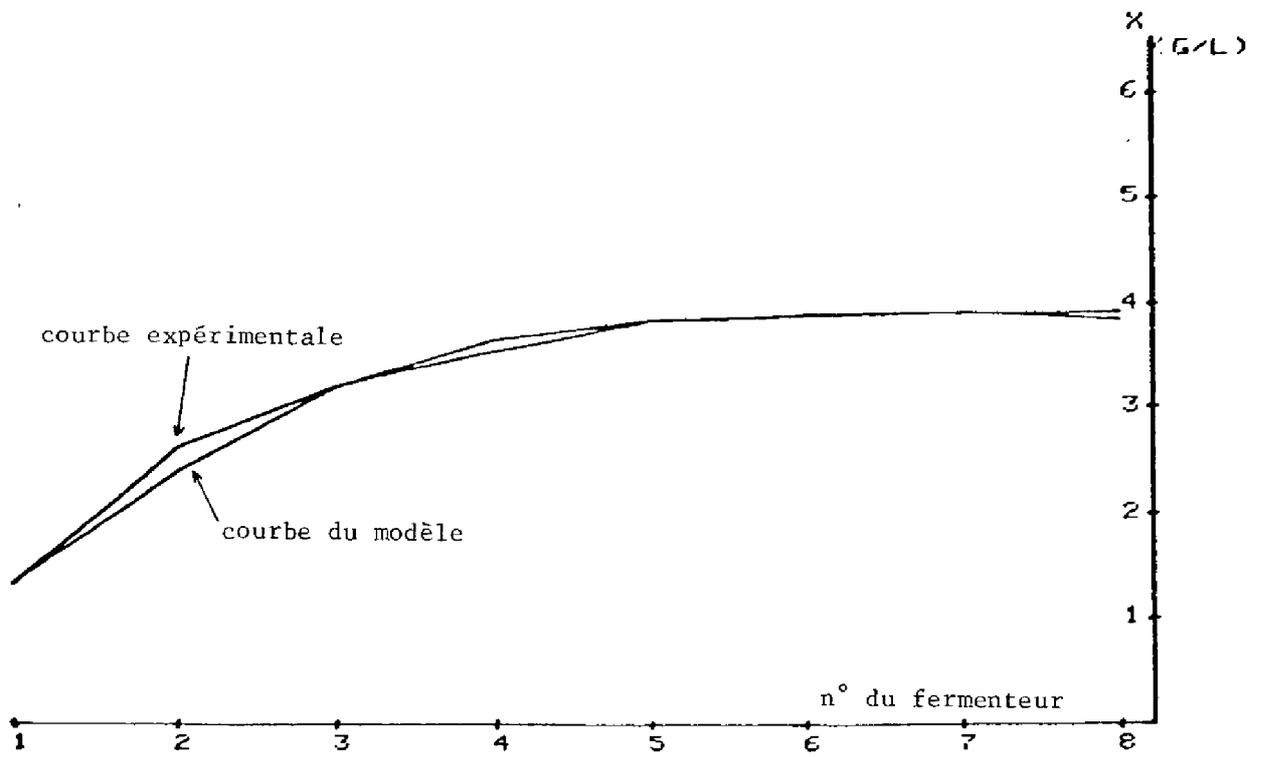


FIGURE 2.14 : Evolution de la concentration en biomasse.

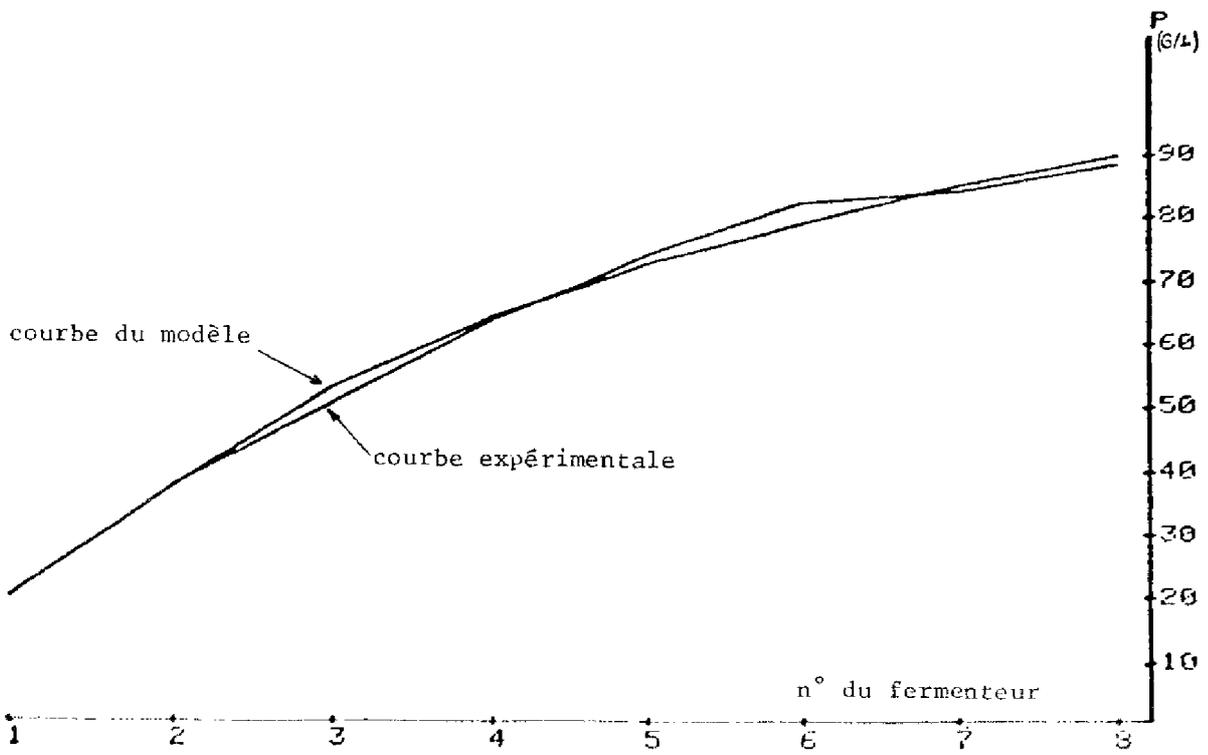


FIGURE 2.15 : Evolution de la concentration en protéine.

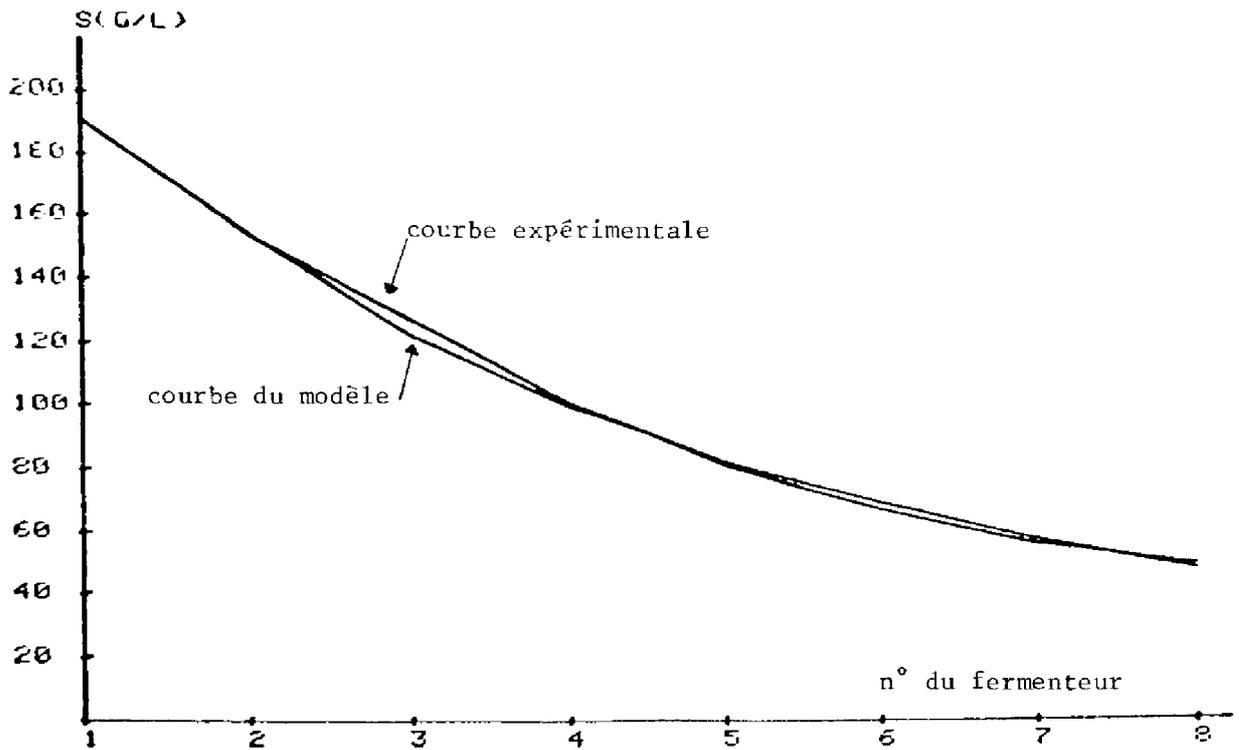


FIGURE 2.16 : Evolution de la concentration en substrat.

RESULTATS DE L'IDENTIFICATION AVEC

TROISIEME METHODE

X_m g/l	X g/l	S_m g/l	S g/l	P_m g/l	P g/l
1.33	1.33	191.0	191.0	20.5	20.5
2.62	2.39	154.0	154.6	38.0	37.8
3.22	3.19	128.0	123.1	50.6	53.0
3.55	3.65	101.0	99.7	63.7	64.2
3.84	3.87	81.5	82.4	74.0	72.7
3.90	3.91	67.3	69.5	82.3	79.0
3.92	3.93	55.8	57.5	84.0	85.0
3.93	3.87	49.0	47.6	88.6	89.9

$$\mu_{\max} = 0.229 \text{ h}^{-1}$$

$$K_P = 4.97 \text{ g/l}$$

$$K_S = 5.00 \text{ g/l}$$

$$P_L = 84.96 \text{ g/l}$$

$$Y_X = 0.83$$

$$Y_P = 0.495$$

$$\alpha = 13.00$$

$$\beta = 0.047 \text{ h}^{-1}$$

Cette méthode d'identification utilisée sur un mini-calculateur PDP 8 A, nécessite un temps de calcul (de l'ordre de 3 mn), beaucoup moins important que la première. Mais, plus que les autres, elle suppose des mesures expérimentales sur les concentrations, en particulier en substrat et en produit, d'une grande fiabilité. Nous verrons à ce propos, dans le troisième chapitre, les problèmes qui se posent. Dans la mesure où la détermination expérimentale des concentrations nous donnera satisfaction, nous la retiendrons.

II. 2. 4 - COMPARAISON DES RESULTATS :

Nous portons ici, un tableau récapitulant les résultats de l'identification paramétrique d'une expérience pour les différentes méthodes développées.

	1re METHODE	2e METHODE	3e METHODE
μ_{\max} (h^{-1})	0.204	0.225	0.229
K_P (g/l)	4.27	4.06	4.97
K_S (g/l)	5.00	4.94	5.00
P_L (g/l)	80.00	88.5	84.96
Y_X	0.55	0.83	0.83
Y_P	0.498	0.50	0.495
α	12.65	13.4	13.00
β (h^{-1})	0.0084	0.08	0.047

Les résultats trouvés pour les trois méthodes, sont pratiquement identiques.

Les seules différences notables concernent les valeurs des paramètres Y_X et β ; mais nous verrons (II. 3.2) qu'il s'agit de paramètres qui ont peu d'influence sur le modèle. Par contre, les valeurs numériques des paramètres influants, tels que μ_{\max} , P_L , K_P , Y_P , α , sont comparables. Cette identité des résultats nous permet de valider la première et troisième méthode où nous faisons des simplifications et des approximations par rapport à la deuxième méthode qui est "physiquement" exacte.

II, 3 - SIMULATION NUMERIQUE ET ETUDE DE SENSIBILITE AUX PARAMETRES :

II, 3. 1 - SIMULATION NUMERIQUE :

Nous utilisons la première méthode, basée sur l'existence de pseudo-fermenteurs, pour simuler le processus de fermentation étudié. L'état du premier fermenteur étant calculé en faisant la simplification

suivante :

L'expression retenue du taux de croissance est :

$$\mu_n = \mu_{\max} \frac{K_P}{K_P + P_n} \frac{S_n}{S_n + K_S} \left(1 - \frac{P_n}{P_L} \right) \quad (44)$$

Dans une première approximation, S_1 étant très supérieur à K_S , nous pouvons considérer que le terme $\frac{S_1}{S_1 + K_S}$ tend vers 1,

donc
$$\mu_1 = \mu_{\max} \frac{K_P}{K_P + P_1} \left(1 - \frac{P_1}{P_L} \right) \quad (45)$$

Si l'on n'effectue pas de recyclage, les concentrations X_0 et P_0 à l'entrée du premier fermenteur, sont nulles et ses équations sont :

$$(D - \mu_1) = 0 \quad (46)$$

$$D (S_0 - S_1) - \left(\frac{\mu_1}{Y_X} + \frac{\alpha \mu_1 + \beta}{Y_P} \right) X_1 = 0 \quad (47)$$

$$- DP_1 + (\alpha \mu_1 + \beta) X_1 = 0 \quad (48)$$

en portant (46) dans (45), (48) et (47), on obtient :

$$P_1 = \frac{\mu_{\max} - D}{\frac{D}{K_P} + \frac{\mu_{\max}}{P_L}} \quad (49)$$

$$X_1 = \frac{DP_1}{\alpha D + \beta} \quad (50)$$

$$S_1 = S_0 - \left(\frac{1}{Y_X} + \frac{\alpha}{Y_P} + \frac{\beta}{Y_P D} \right) X_1 \quad (51)$$

Nous avons jusqu'ici, en particulier pour l'identification, supposé que les valeurs des concentrations dans le premier fermenteur étaient les valeurs mesurées.

Les calculs précédents montrent que l'on peut calculer X_1 , S_1 , P_1 et par suite toutes les variables d'état à partir des variables de commande et des paramètres.

Une simulation type est donnée figure 2.17. Nous avons pris comme valeur de paramètres :

$$\mu_{\max} = 0.30 \text{ h}^{-1}$$

$$K_P = 4.50 \text{ g/l}$$

$$K_S = 5.00 \text{ g/l}$$

$$P_L = 85.0 \text{ g/l}$$

$$Y_X = 0.83$$

$$Y_P = 0.50$$

$$\alpha = 13.00$$

$$\beta = 0.05 \text{ h}^{-1}$$

pour un taux de dilution et une alimentation en substrat de :

$$D = 0.05 \text{ h}^{-1}$$

$$S_0 = 140 \text{ g/l}$$

Le programme de simulation a été développé sur le mini-calculateur PDP8 A.

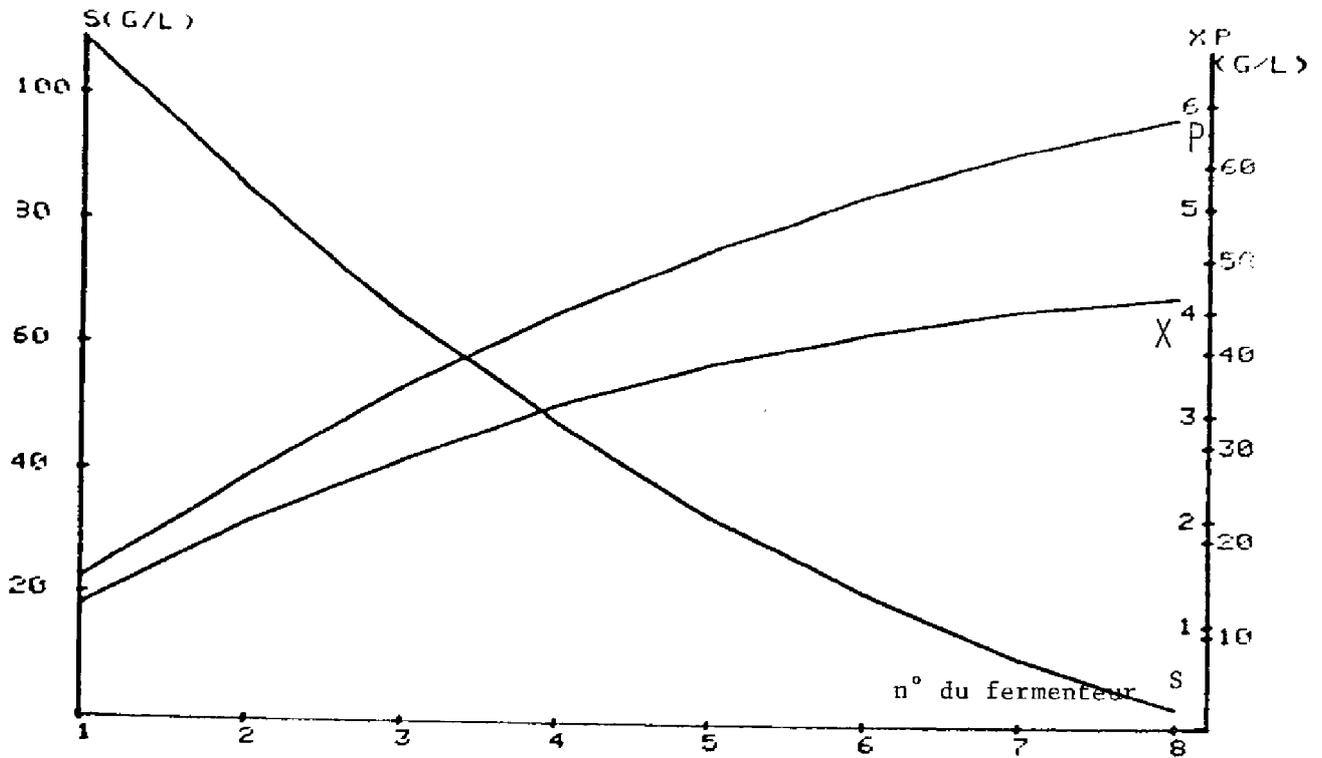


FIGURE 2.17 : Simulation d'un fermenteur cascade.

II II, 3. 2 - ETUDE DE SENSIBILITE :

Une étude de sensibilité est très importante, lorsque le processus physique est représenté par des équations non linéaires, car il est souvent difficile de se rendre compte de l'influence des variations de tel ou tel paramètre sur l'évolution des variables du système. De plus, les paramètres apparaissant dans le modèle mathématique sont estimés d'après les expériences et ne sont donc connus qu'avec une certaine approximation.

La sensibilité d'une fonction F par rapport à un paramètre a est définie comme la dérivée partielle de F par rapport à a :

On peut écrire :

$$\sigma_a^F = \frac{\partial F}{\partial a}$$

Mais on utilise souvent la deuxième définition de la sensibilité :

$$\sigma_a^F = \frac{\frac{dF}{F}}{\frac{da}{a}} \quad (52)$$

Les fonctions de sensibilité vont donc nous indiquer l'influence qualitative et quantitative, de chaque paramètre, sur l'état d'équilibre du système.

II. 3. 2. 1 - SENSIBILITE DU TAUX DE CROISSANCE :

$$\text{Nous avons } \mu = \mu_{\max} \frac{S}{S + K_S} \frac{K_P}{K_P + P} \left(1 - \frac{P}{P_L}\right) \quad (53)$$

donc :

$$\sigma_{\mu_{\max}}^{\mu} = \frac{d\mu/\mu}{d\mu_{\max}/\mu_{\max}} = 1 \quad (54)$$

$$\sigma_{K_P}^{\mu} = \frac{d\mu/\mu}{dK_P/K_P} = \frac{P}{K_P + P} \quad (55)$$

$$\sigma_{P_L}^{\mu} = \frac{d\mu/\mu}{dP_L/P_L} = \frac{P}{P_L - P} \quad (56)$$

$$\sigma_{K_S}^{\mu} = \frac{d\mu/\mu}{dK_S/K_S} = - \frac{K_S}{S + K_S} \quad (57)$$

Les sensibilités $\sigma_{K_P}^\mu$, $\sigma_{P_L}^\mu$, n'ont rien de surprenant, puisque les termes $\left(\frac{K_P}{K_P + P}\right)$ et $\left(1 - \frac{P}{P_L}\right)$ traduisent, dans l'expression du taux de croissance, l'inhibition par l'alcool, il est normal qu'elles augmentent, lorsque la concentration en alcool augmente.

La sensibilité de μ par rapport à K_S est d'autant plus grande que la concentration en substrat est petite. Le terme en K_S n'intervient donc que sur les derniers fermenteurs, quand l'expérience s'effectue à de faible concentration initiale en sucre. A de forte concentration initiale, la quantité de substrat présente dans les derniers fermenteurs, est toujours grande devant K_S et $\sigma_{K_S}^\mu$ demeure très faible.

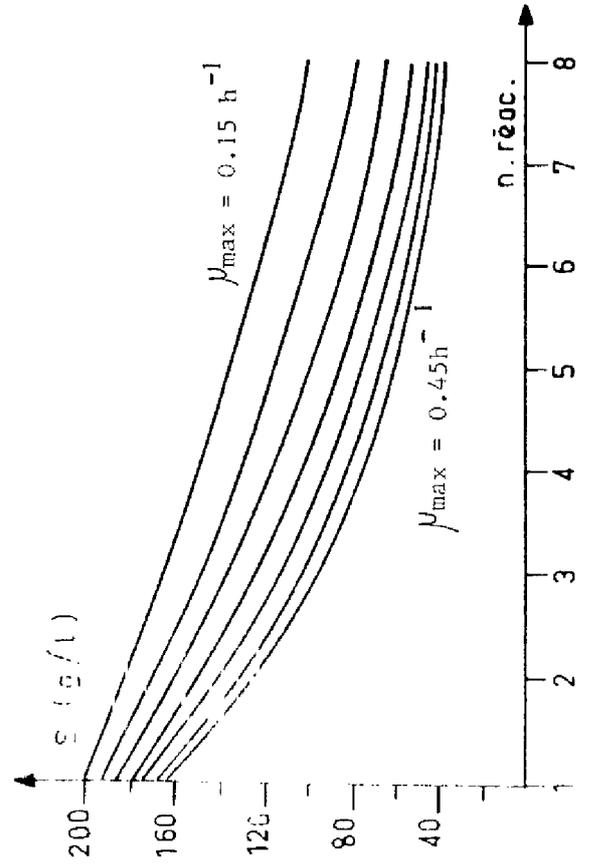
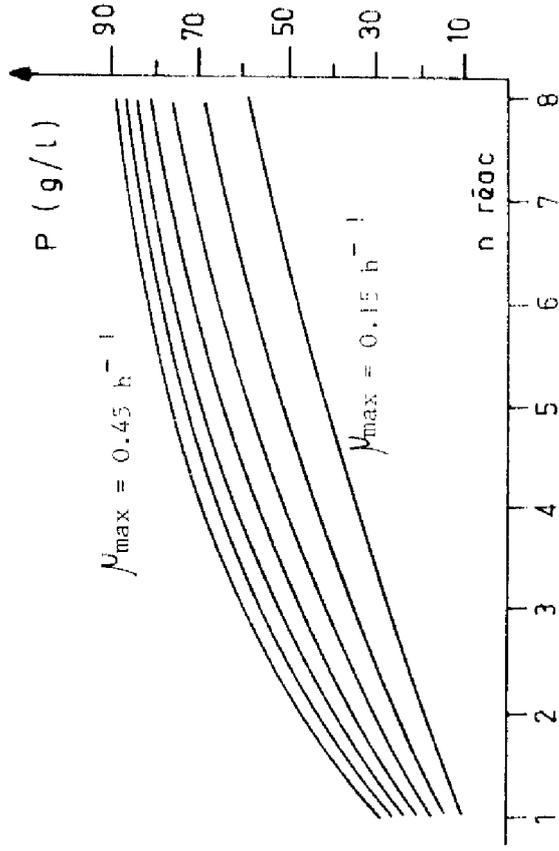
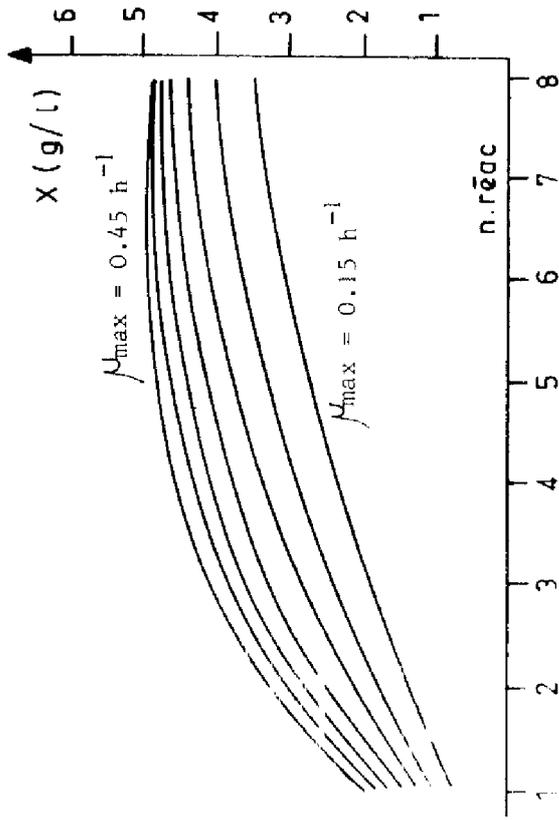
Nous pouvons conclure d'après les relations (54) à (57), que les paramètres les plus importants du taux de croissance, sont : μ_{\max} , K_P , P_L .

II, 3. 2. 2.- SENSIBILITE DES VARIABLES D'ETAT PAR RAPPORT AUX PARAMETRES :

Il est difficile de conclure sur les expressions analytiques de sensibilité des variables d'état par rapport à un paramètre, car elles ont une forme relativement complexe et dépendent des autres paramètres et des variables d'état elles-mêmes. Nous avons préféré ne porter ici que les courbes qui donnent une image beaucoup plus explicite.

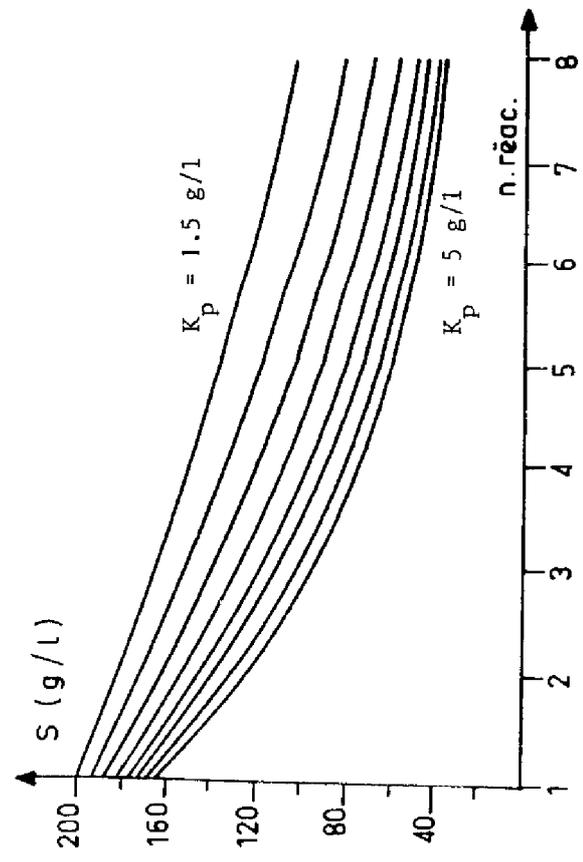
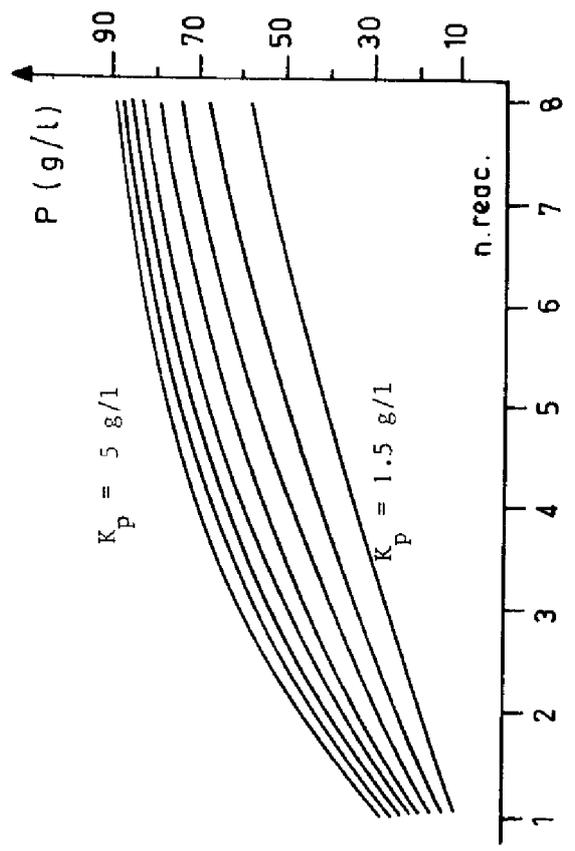
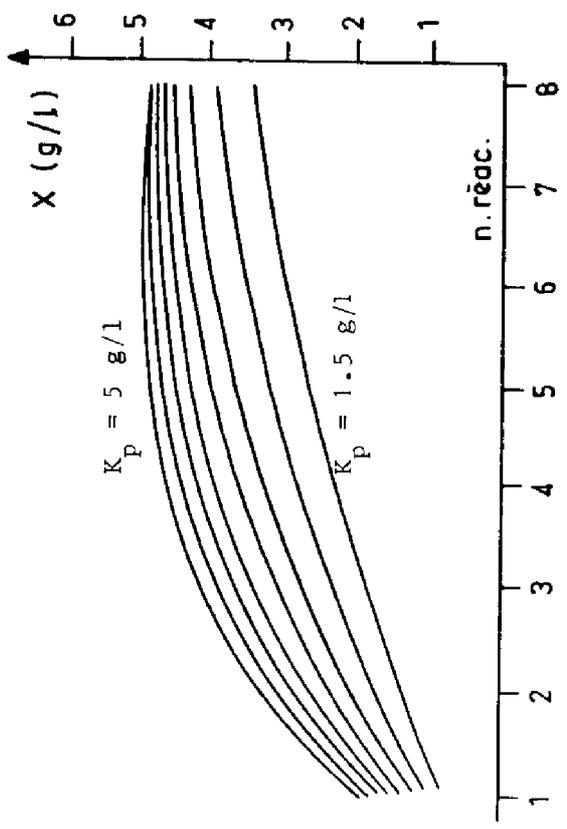
Les figures suivantes représentent la variation de l'état d'équilibre du système, quand un paramètre varie, les autres restant constants. Pour qu'elles soient comparables, nous avons choisi des variations relatives, des paramètres du même ordre de grandeur.

Pour effectuer cette étude, nous utilisons la technique de simulation décrite précédemment en faisant évoluer les paramètres.



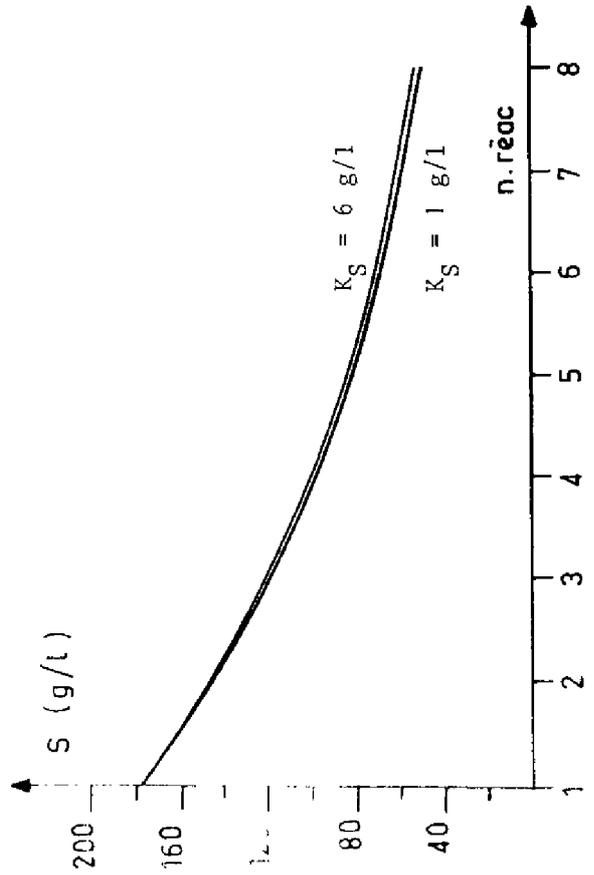
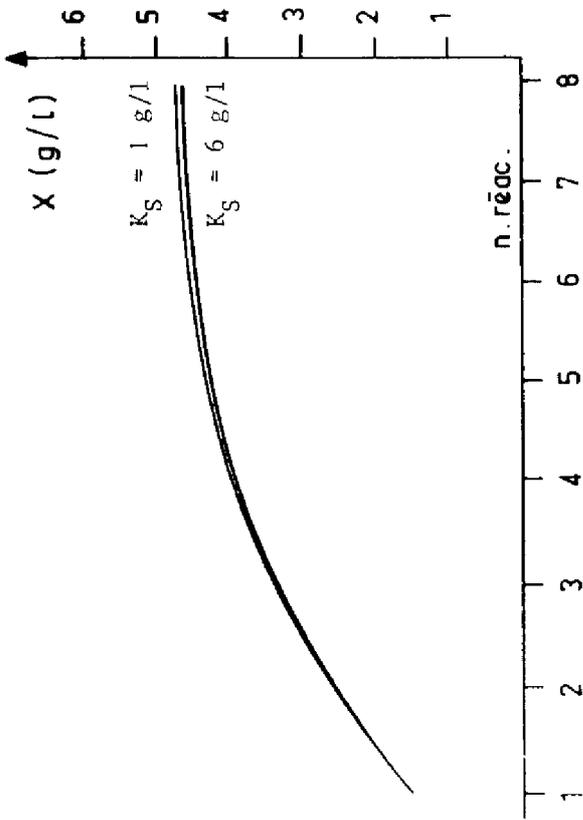
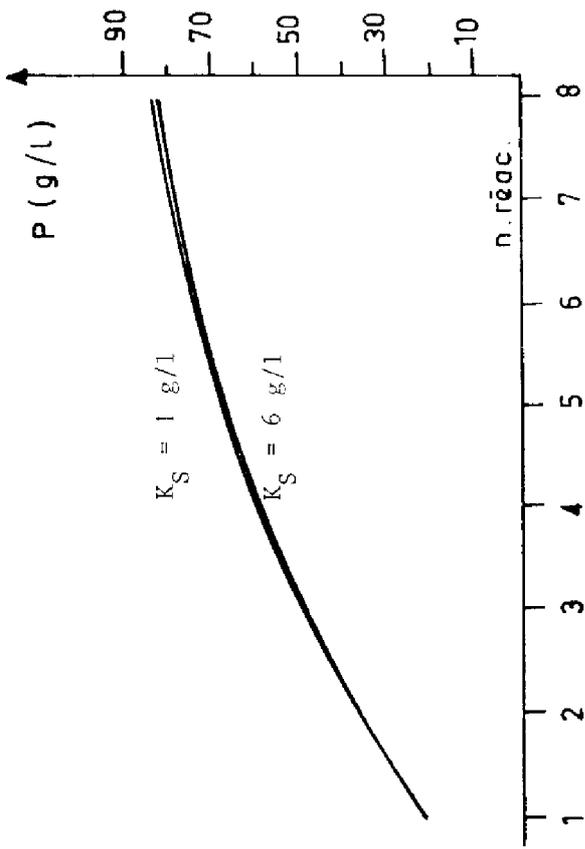
sensibilité de X , S , P au paramètre: μ_{max}

μ_{max} variant de 0.15 h^{-1} à 0.45 h^{-1} avec un pas de 0.05 h^{-1}



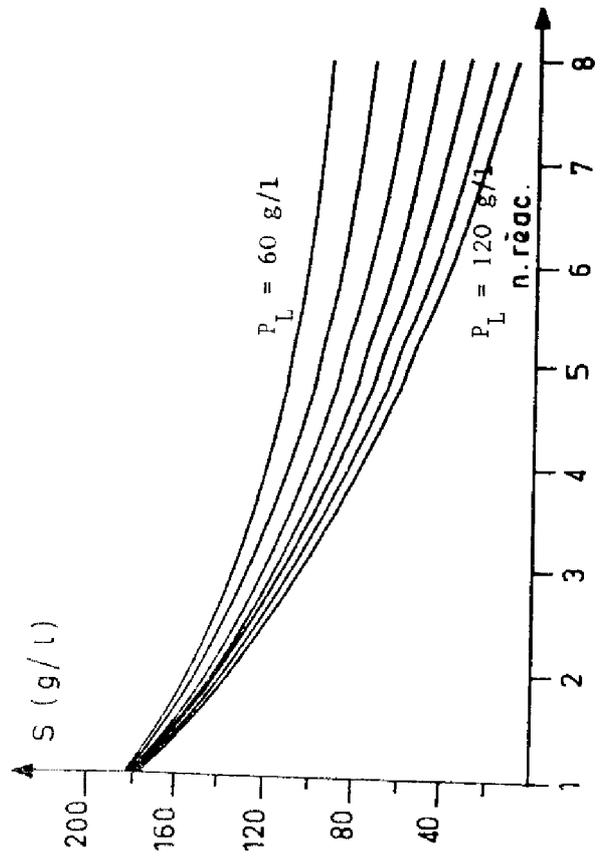
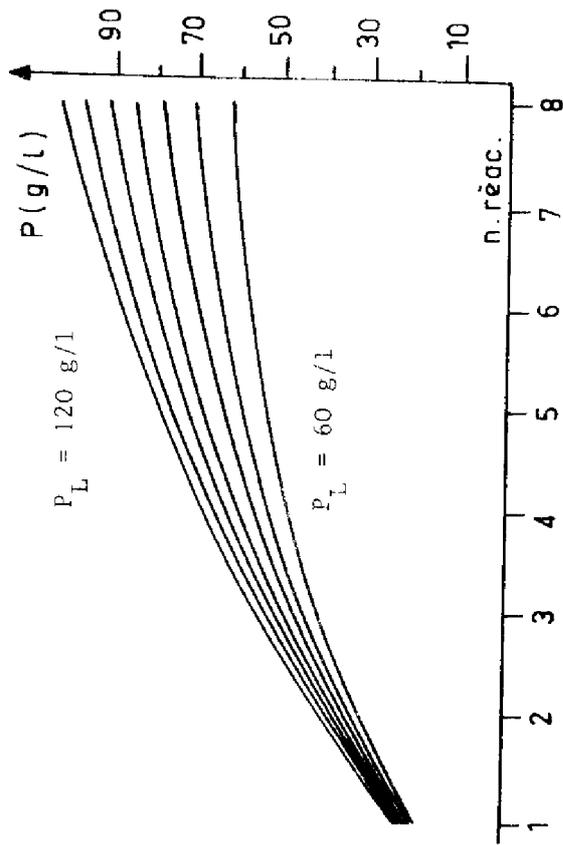
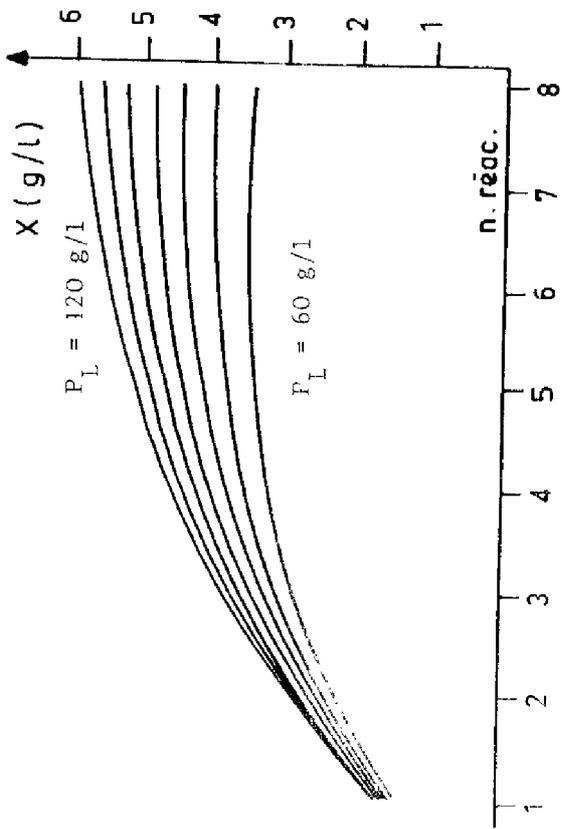
Sensibilité de X, S, P au paramètre K_p

K_p variant de 1.5 g/l à 5 g/l avec un pas de 0.5 g/l



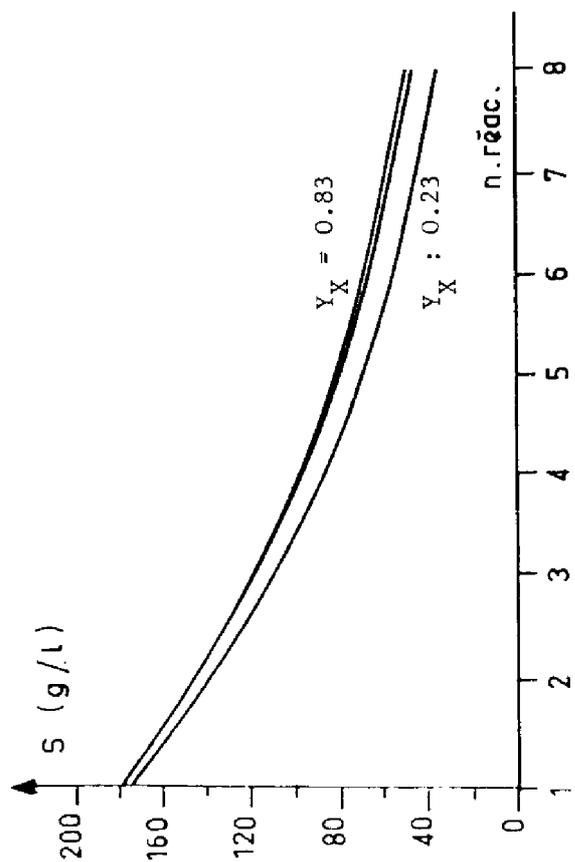
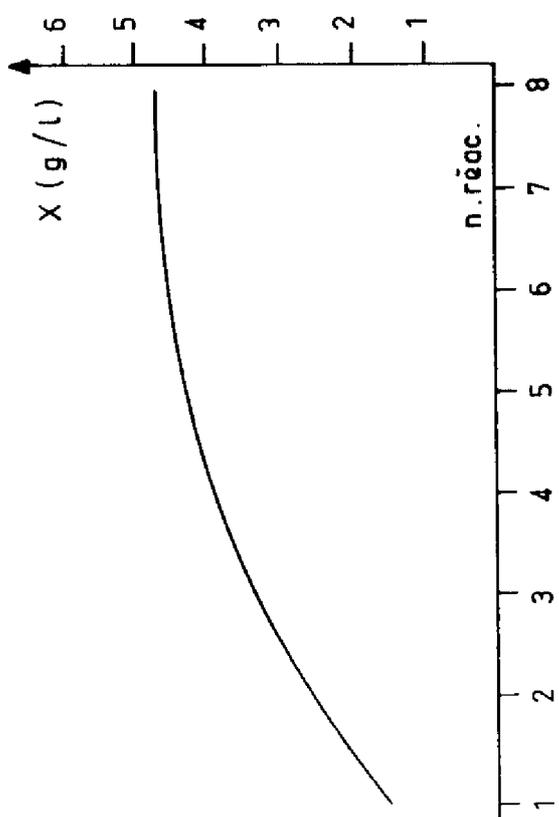
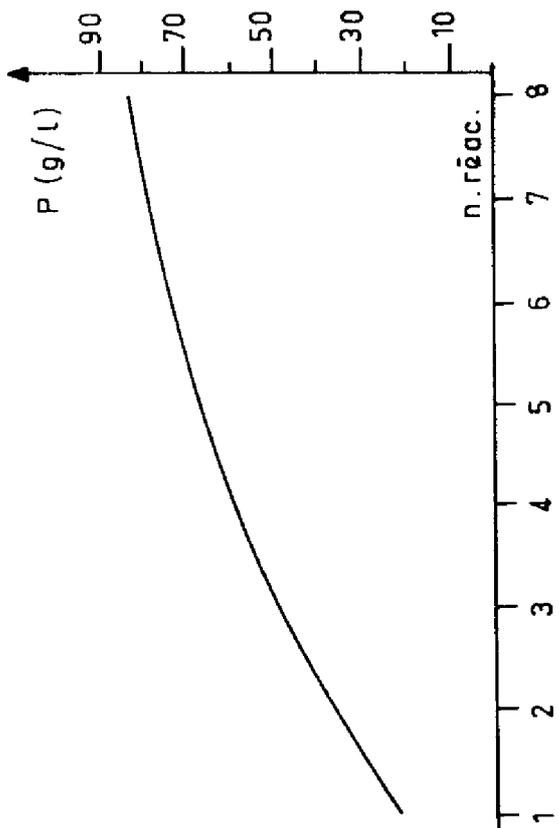
Sensibilité de X, S, P, au paramètre K_S

K_S variant de 1 g/l à 6 g/l avec un pas de 5 g/l.



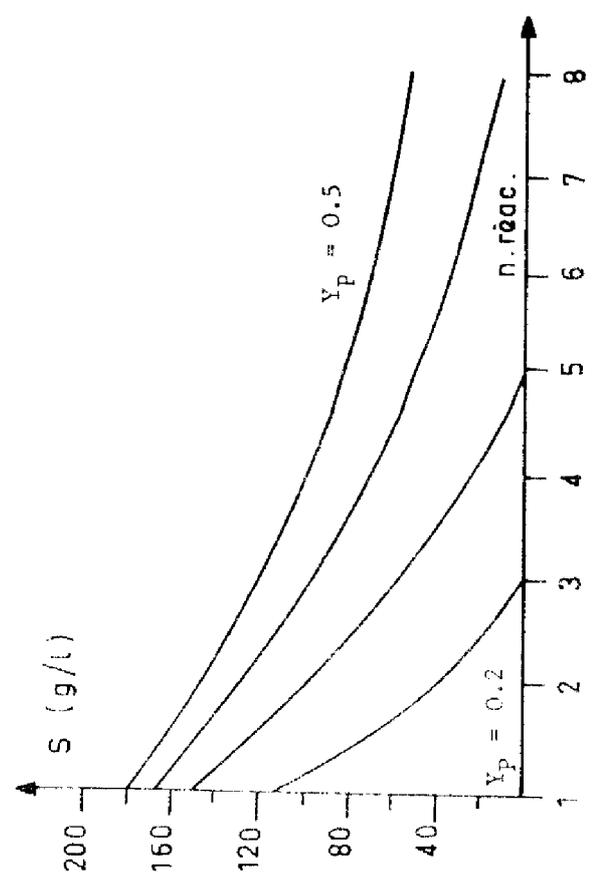
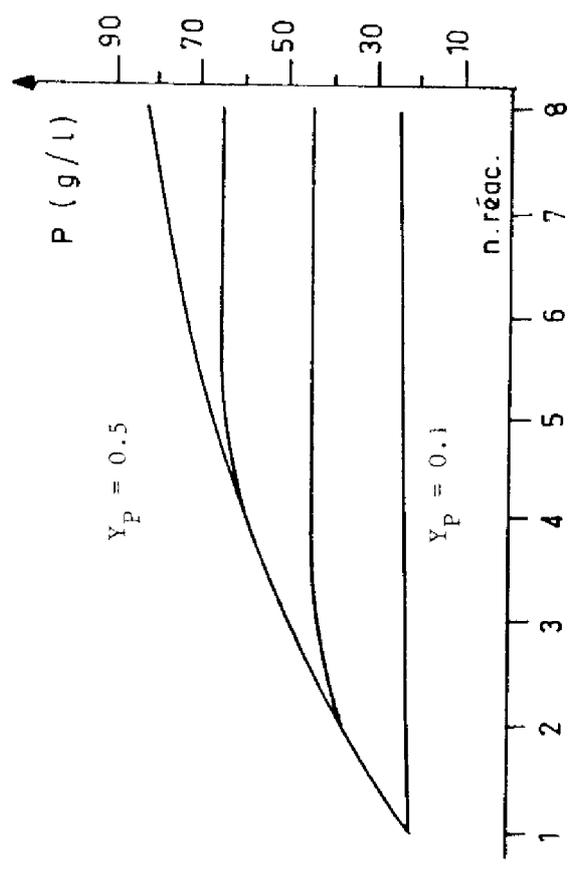
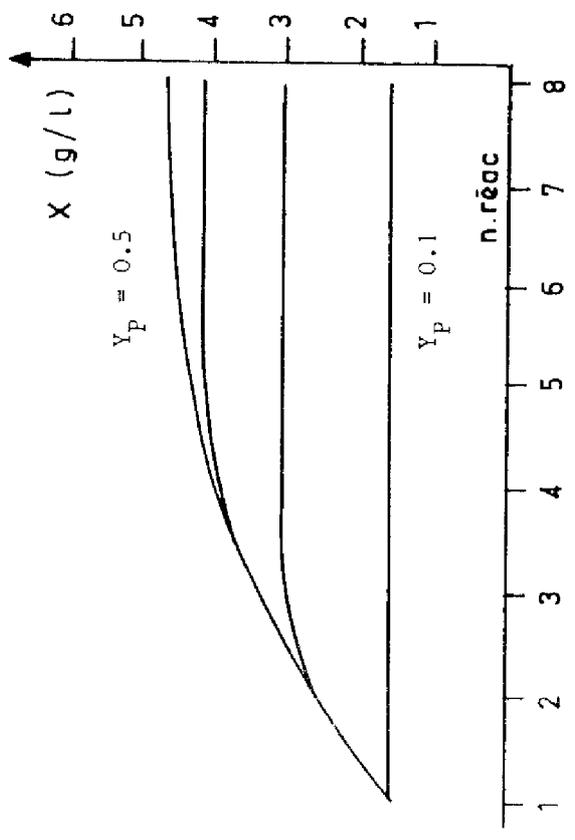
Sensibilité de X, S, P au paramètre P_L

P_L variant de 60 g/l à 120 g/l avec un pas de 10 g/l.



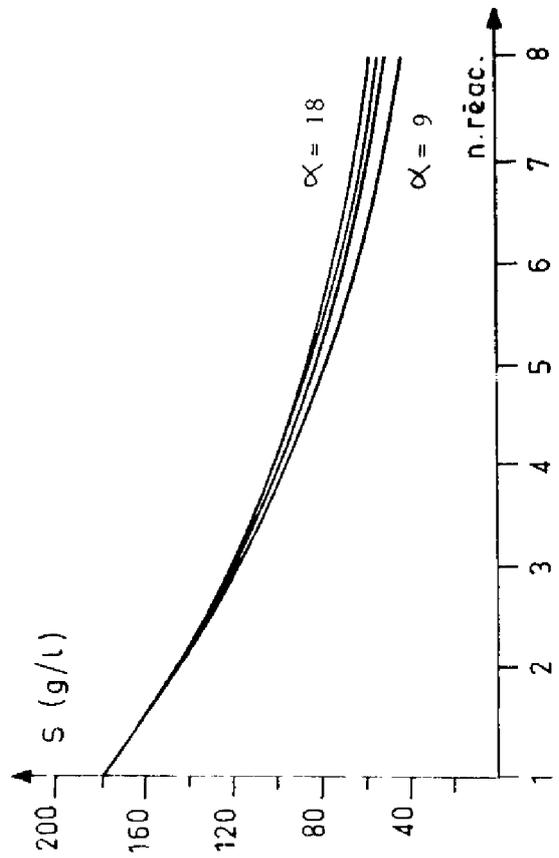
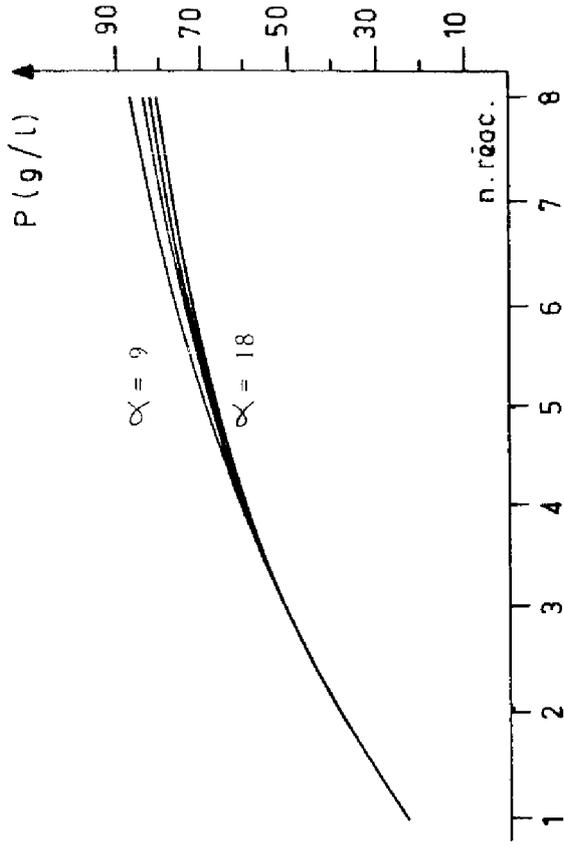
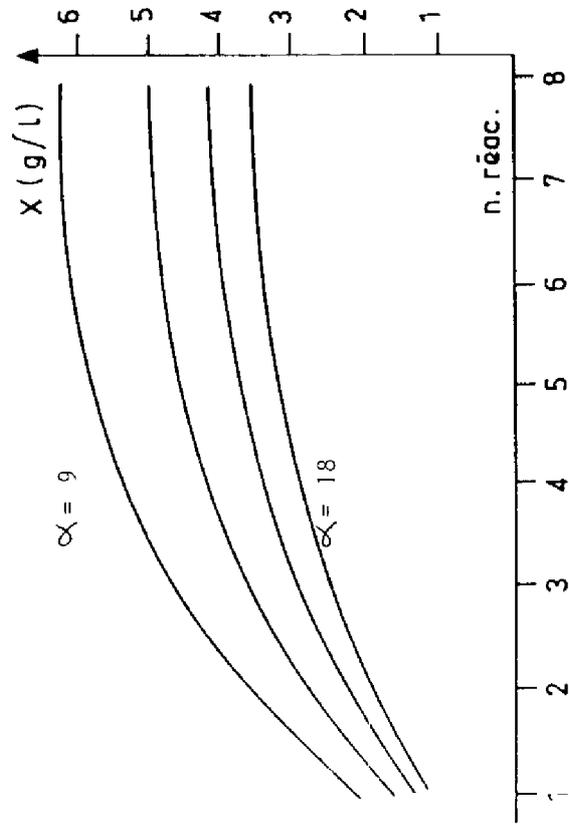
Sensibilité de X, S, P, au paramètre Y_X

Y_X variant de 0.23 à 0.83 avec un pas de 0.2.



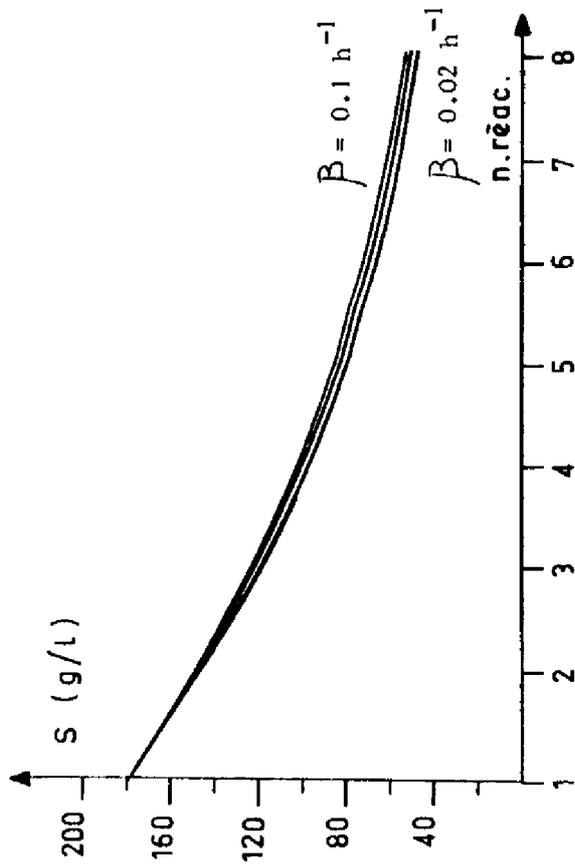
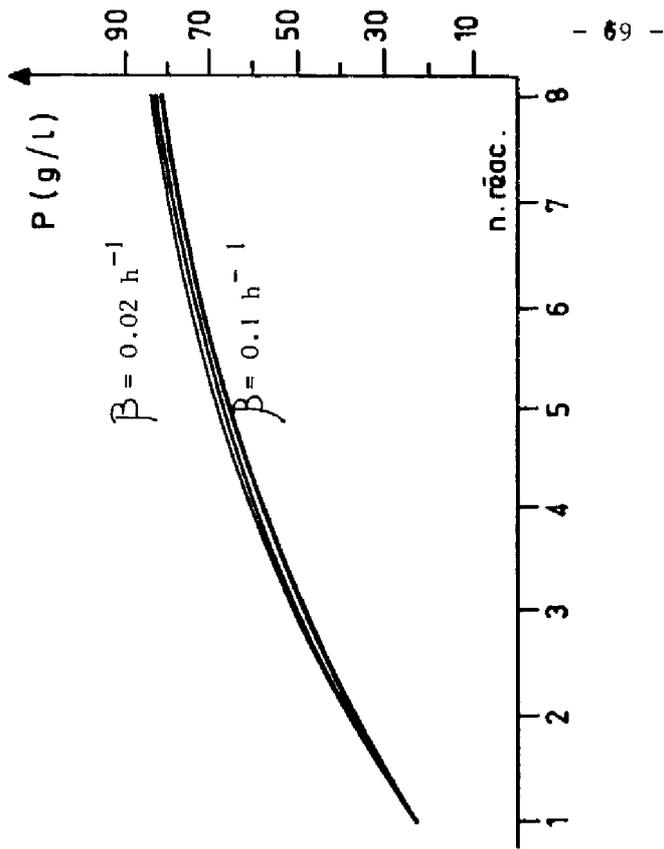
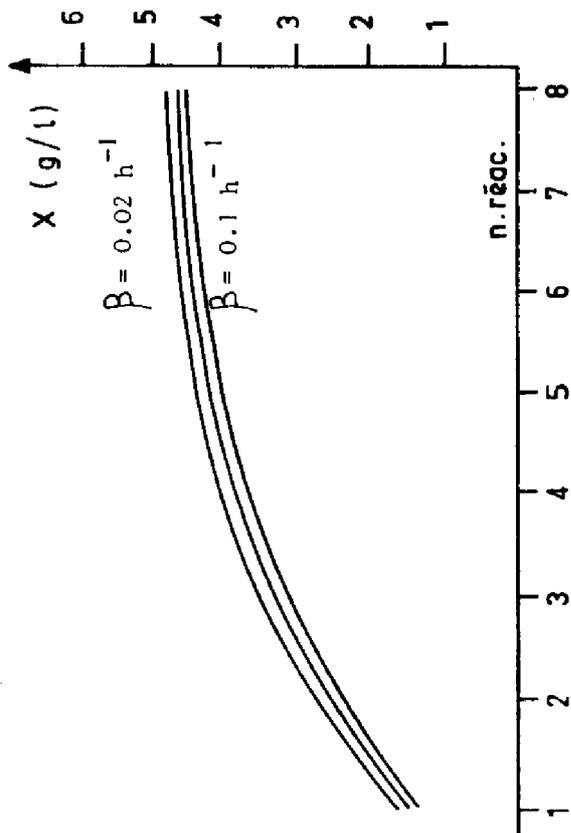
Sensibilité de X, S, P au paramètre Y_p

Y_p variant de 0.1 à 0.5 avec un pas de 0.1.



Sensibilité de X, S, P, au paramètre α

α variant de 9 à 18 avec un pas de 3.



Sensibilité de X, S, P au paramètre β

β variant de 0.02 h^{-1} à 0.1 h^{-1} avec un pas de 0.4 h^{-1} .

De l'ensemble de ces courbes, nous pouvons déduire que les paramètres les plus influents, sont : μ_{\max} , K_P , P_L , Y_P , α et que la sensibilité des variables d'état par rapport à ces paramètres, est croissante du premier au dernier fermenteur.;

Alors que les paramètres K_S , Y_X et β ont peu ou très peu d'influence sur les trajectoires que suivent les concentrations en biomasse, produit et substrat.

II. 4 - CONCLUSION :

Nous avons opté pour une méthode classique d'identification qui fournit de très bons résultats quelle que soit la méthode de reconstitution de l'état du système choisie. Bien-que nous utilisions un algorithme de recherche de minimum itératif, la méthode a pu être adaptée à l'identification en ligne qui se heurte souvent à des problèmes de temps de calcul et d'occupation mémoire. Mais nous n'avons pas pu la tester sur une expérience réelle, l'unité pilote n'étant opérationnelle que depuis le mois de novembre dernier.

L'étude de sensibilité nous a permis de montrer que certains paramètres avaient peu d'influence. Nous conservons cependant le modèle mathématique tel que nous l'avons défini dans le premier chapitre, car tous les paramètres qu'il comprend ont une signification biochimique, et forment un ensemble cohérent permettant de décrire correctement la fermentation alcoolique continue.

Il nous semble important de signaler que l'identification par la méthode du modèle a été appliquée à des résultats expérimentaux de fermentation discontinue ($D = 0$) obtenus par Monsieur Strehaiano du LGB de l'I. N. S. A. T.. Les résultats obtenus semblent prometteurs et nous pensons que le modèle mathématique développé devrait pouvoir décrire la fermentation alcoolique en "batch".

Mais toute technique d'identification appliquée en ligne nécessite des mesures expérimentales d'une grande fiabilité et précision. Nous abordons à ce sujet, dans les deux derniers chapitres, le problème de la détermination des concentrations dans le milieu de culture et les techniques que nous avons adoptées pour réaliser les mesures en ligne.

CHAPITRE III

AUTOMATISATION D'UNE UNITE PILOTE DE FERMENTATION

III. 1 - INTRODUCTION :

La vérification des résultats théoriques demande la mise en oeuvre d'expérimentations, dans le but d'obtenir des informations sur le comportement du système réel. Ainsi a-t-il été nécessaire de concevoir et réaliser l'automatisation d'une unité pilote multiétage de fermentation continue.

L'étude initiale a été réalisée par nos collègues biochimistes de l'I.N. S. A. pour la partie génie biochimique de la fermentation et par l'équipe de recherche "conduite numérique de processus" du L. A. A. S. pour la partie automatisation [44].

L'objectif fixé étant d'obtenir le plus grand nombre d'informations sur les variables du processus et d'effectuer ensuite la commande optimale du réacteur, nous nous sommes orientés vers la conduite par ordinateur. L'automatisation a dû être très développée pour permettre sur ordinateur de commander les actionneurs et d'effectuer l'acquisition des mesures, aussi souvent que possible, sans nécessiter d'interventions manuelles. Ceci a été facilité par les progrès technologiques réalisés sur certains capteurs (glucose, dioxyde de carbone...) ; bien qu'ils ne soient pas toujours pratiques pour l'utilisation en "ligne". En effet, de par leur conception mécanique ou leur manque de fiabilité et de précision, comme nous le verrons par la suite, nous avons dû, dans la plupart des cas, les adapter aux problèmes spécifiques qui nous étaient posés.

Nous décrivons dans ce chapitre, l'unité pilote et les solutions techniques que nous avons adoptées pour réaliser l'ensemble des mesures et régulations nécessaires à une meilleure connaissance du processus de fermentation.

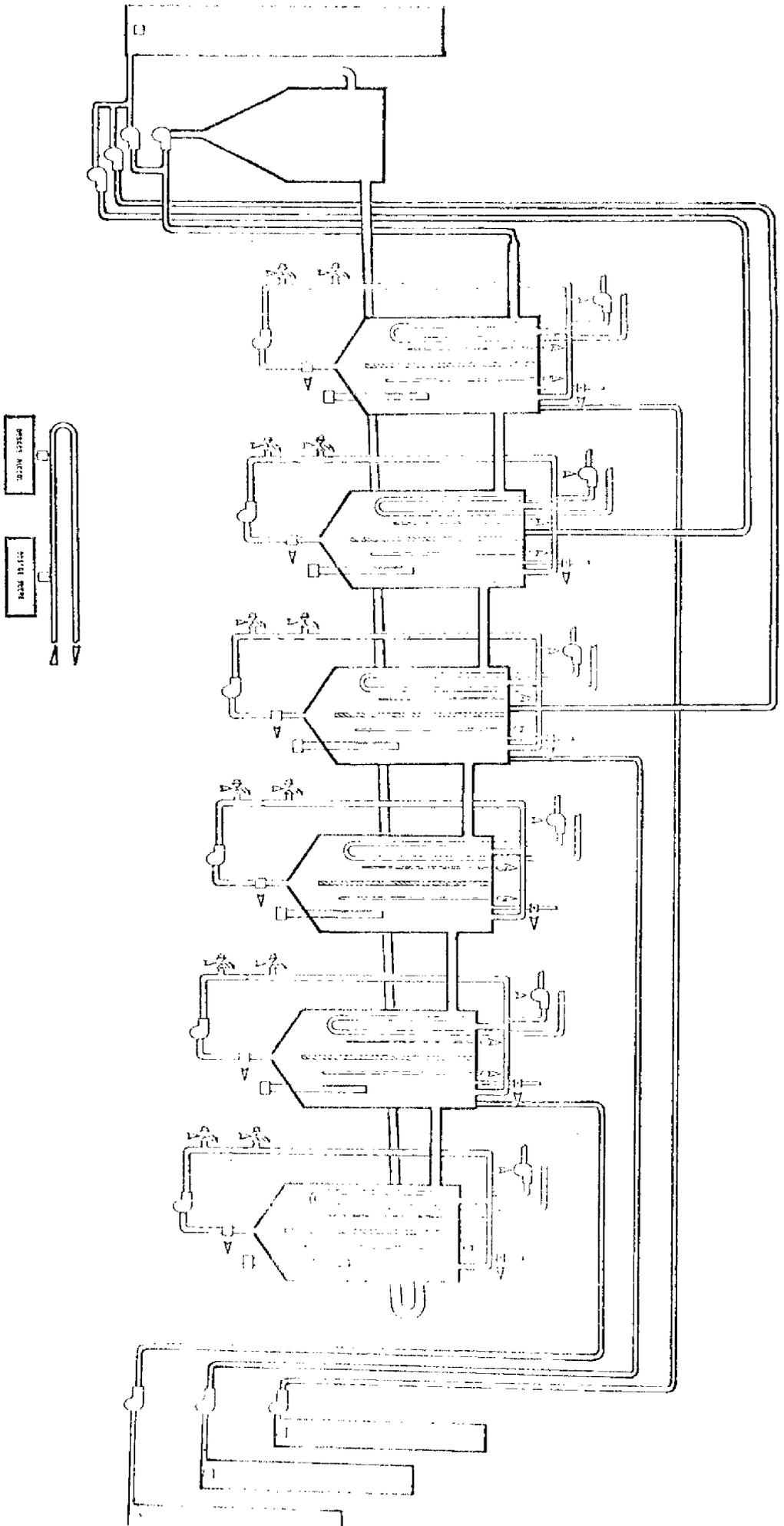


FIGURE 3. 1 : Schéma synoptique de l'unité pilote.

III, 2 - VARIABLES DE LA FERMENTATION :

D'après HUMPREY [21], la liste des grandeurs importantes dans les processus de fermentation peut se décomposer en deux parties :

Les grandeurs physiques :

- pression,
- température,
- vitesse d'agitation,
- hauteur de mousse,
- débit gazeux,
- débit de substrat,
- viscosité,
- densité optique.

Les grandeurs chimiques :

- pH,
- potentiel redox,
- oxygène dissous,
- dioxyde de carbone dissous,
- oxygène en sortie,
- dioxyde de carbone en sortie,
- concentration des sucres,
- concentration en biomasse,
- concentration en produit,
- concentration des ions minéraux.

Parmi toutes ces grandeurs certaines sont essentielles et sont, soit mesurées, soit asservies. Sur notre procédé, ce sont :

- la température et le pH qui sont régulés. On peut ainsi fixer les points de consignes de ces variables pour toute ou partie de la durée de la fermentation ;

- les concentrations en substrat, en biomasse, en produit et le débit de dioxyde de carbone en sortie qui sont mesurés.

III.3 - DESCRIPTION DU REACTEUR :

L'unité pilote est composée de six fermenteurs en cascade de volume identique (1,8 litre) (Fig. 3.1).

L'alimentation en sels minéraux et en substrat peut être effectuée sur les trois premiers fermenteurs, les autres étant alimentés par gravité à partir du précédent.

Le recyclage de la solution de fermentation se fait à deux niveaux :

- sur chaque fermenteur pour homogénéiser le contenu ;
- un recyclage général permettant soit de réinjecter une partie de la solution du dernier fermenteur dans le premier, soit de conserver la biomasse et le produit formé.

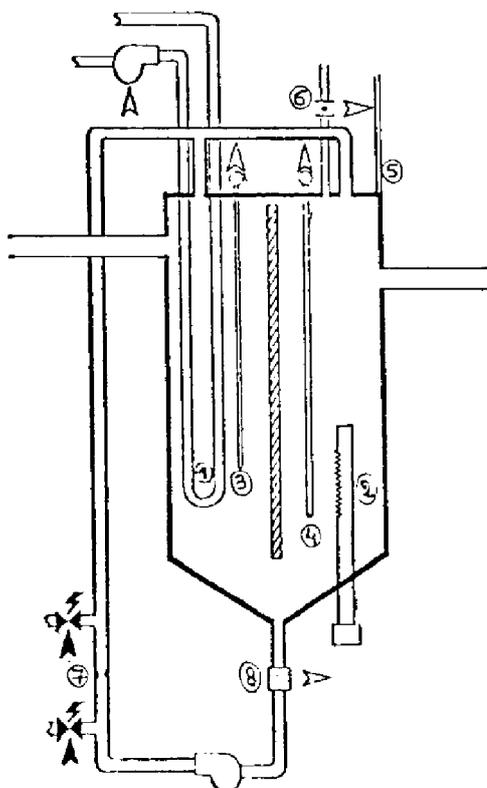


FIGURE 3.2 : Schéma synoptique d'un fermenteur.

Sur chaque fermenteur (Fig. 3.2) on dispose de :

- un serpentín ① où circule de l'eau froide et une résistance chauffante ② qui assurent la régulation en température ;
- une sonde au platine ③ pour la mesure de la température ;
- une sonde pH ④ reliée à un pH mètre sur les fermenteurs 1, 3 et 5 ;
- une arrivée de produit basique ⑤ pour la régulation pH ;
- une électrovanne trois voies ⑥ pour dévier le dioxyde de carbone vers le débitmètre ;
- deux électrovannes ⑦ sur le circuit de recyclage permettant de dériver le milieu de fermentation vers un appareillage d'analyse destiné au dosage du substrat et du produit ;
- un système de mesure de densité optique ⑧ d'où l'on déduit la concentration en biomasse.

De plus, l'unité pilote comprend un ensemble de pompes doseuses à commande par impulsions permettant de fixer les débits.

Le microcalculateur couplé à ce dispositif, gère tous les capteurs et actionneurs qui réalisent les mesures et les régulations nécessaires.

III. 4 - VARIABLES DE COMMANDE :

Les variables de commande de l'unité pilote sont les taux de dilution (Fig. 3.3) et les taux d'alimentation en substrat des trois premiers réacteurs respectivement D_1 , D_2 , D_3 et F_1 , F_2 , F_3 définis par les relations :

$$D_1 = \frac{Q_1 + Q_R}{V}, \quad D_2 = \frac{Q_2}{V}, \quad D_3 = \frac{Q_3}{V}$$

$$F_1 = D_1 \cdot S_{01}, \quad F_2 = D_2 \cdot S_{02}, \quad F_3 = D_3 \cdot S_{03}$$

Q_n : débit d'alimentation du n^{ième} étage,

Q_R : débit de recyclage,

V : volume du milieu réactionnel dans un étage,

S_{0n} : concentration en substrat de la n^{ième} alimentation.

Les cuves étant identiques et, de par le fait de la gravité, les volumes de milieu réactionnel dans chaque étage étant pratiquement égaux et constants, les variables d'action D_1 , D_2 et D_3 , sont représentées, à un facteur constant près, par les débits des pompes d'alimentation et de recyclage.

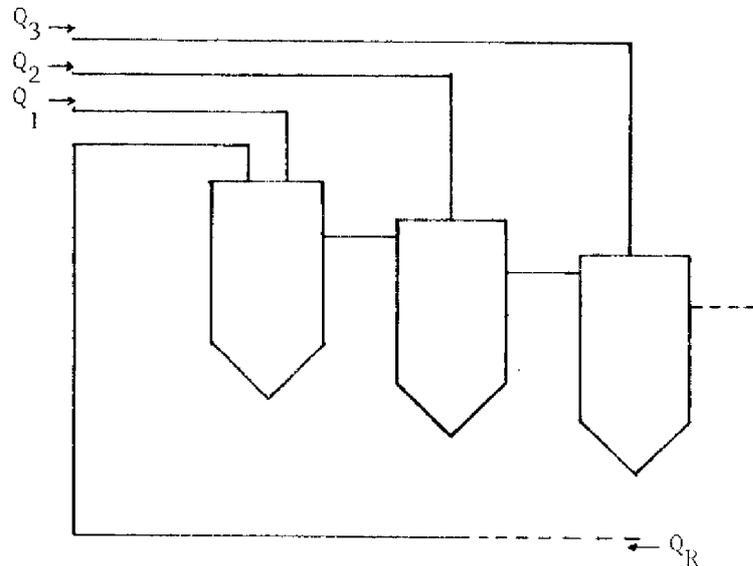


FIGURE 3.3 : Alimentation des réacteurs.

Nous utilisons des pompes doseuses à impulsions. La mise sous tension d'un électro-aimant actionne un piston dont le déplacement, réglable manuellement, a pour effet, l'injection d'un volume donné de liquide, dans les réacteurs. Un amplificateur interne permet la commande d'une injection à partir de signaux électriques de faible puissance dont la période est calculée par le microcalculateur comme nous le verrons dans le chapitre IV .

III. 5 - VARIABLES D'ENVIRONNEMENT :

Nous disposons d'un système permettant la mesure et la régulation de la température et du pH du milieu de fermentation car nous avons vu dans le premier chapitre qu'il était nécessaire de maintenir ces deux grandeurs à la valeur qui rendait maximum μ_{\max} .

III. 5. 1 - MESURE ET REGULATION DES TEMPERATURES :

Sur chaque fermenteur, la température est mesurée au moyen d'une thermosonde à résistance de platine en liaison avec un amplificateur délivrant une tension compatible avec l'entrée du système d'acquisition analogique associé au microcalculateur (que nous décrirons dans le dernier chapitre).

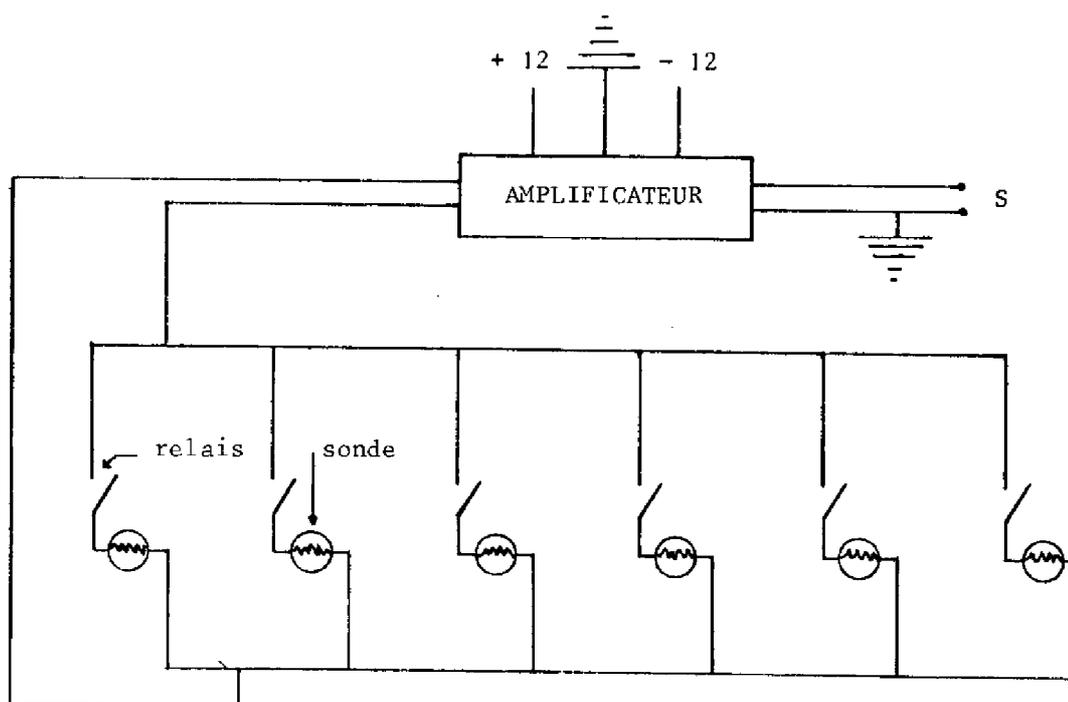


FIGURE 3. 4 : Schéma de principe de la mesure des températures.

Le système de multiplexage à relais (Fig. 3.4) est commandé par le calculateur. On effectue la mesure des six températures en séquence toutes les 12 secondes (2 secondes par fermenteur).

La régulation des températures est réalisée par une circulation de liquide froid dans un serpentin. Mais la réaction étudiée n'étant que très peu exothermique et les pertes calorifiques par rayonnement vers l'extérieur n'étant pas négligables particulièrement en hiver, une résistance chauffante de 80 Watts alimentée de façon permanente assure la symétrie de la commande.

La commande de refroidissement, assurée par un réseau correcteur numérique de type proportionnel intégral est établie par le microcalculateur au niveau de chaque étage. Elle est du type commande numérique directe (DDC) agissant sur la période de six pompes doseuses à impulsion.

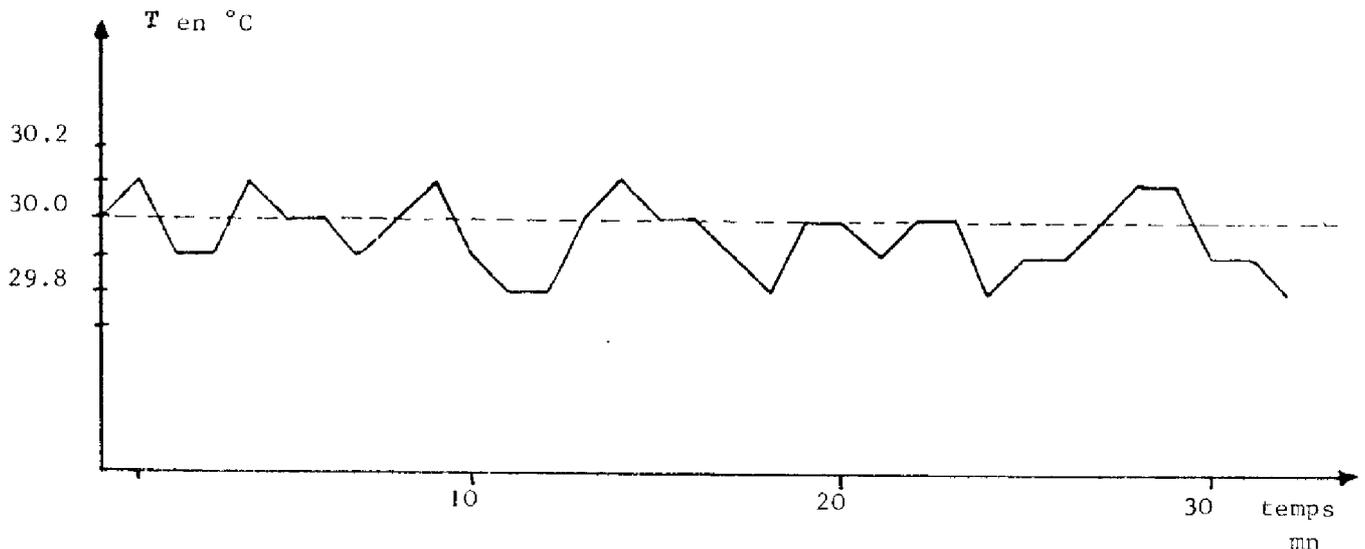


FIGURE 3.5 : Exemple de régulation avec consigne de 30°C.

Le correcteur numérique de type proportionnel intégral, nous a permis d'obtenir une erreur inférieure à 0,2°C de part et d'autre de la température de consigne (erreur moyenne voisine de zéro, Fig. 3.5).

Cependant, il faut remarquer qu'avec un seul capteur, les gradients de température à l'intérieur d'un fermenteur, ne sont pas détectables. Mais, vu les faibles dimensions des cuves (1,8 litre), et le débit important (8 l/mn) des pompes d'homogénéisation, on peut admettre que la température du milieu de fermentation est uniforme dans chaque fermenteur.

III. 5. 2 - MESURE ET REGULATION DU pH :

Le pH est mesuré sur les fermenteurs 1, 3 et 5 au moyen de trois sondes pH (Ingold) associées à trois pH mètres (Taccussel), qui fournissent au calculateur, une tension (comprise entre - 10 et + 10 volts) proportionnelle à l'acidité du milieu.

Le pH est maintenu à une valeur de consigne, par addition de réactif basique (soude). Ce dernier neutralise l'excès d'acidité produit qui inhiberait rapidement la croissance des levures. La régulation numérique de type proportionnel intégral est du même principe que celle des températures. Elle élabore la commande agissant sur la période de trois pompes doseuses à impulsions alimentant les fermenteurs 1, 3 et 5.

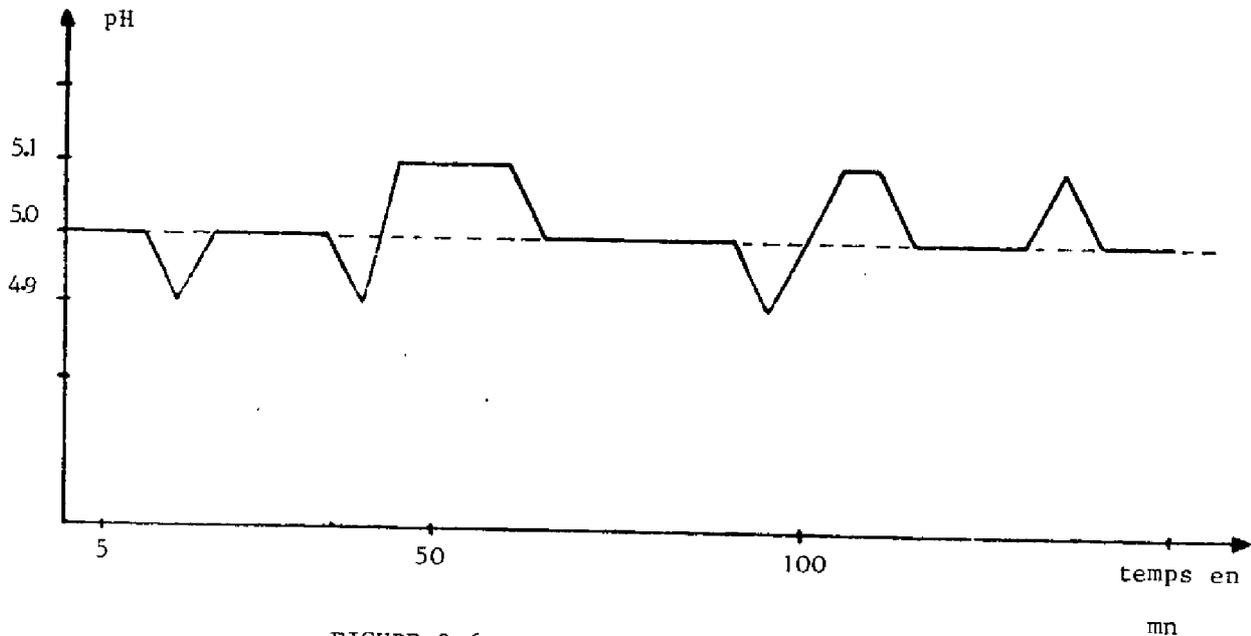


FIGURE 3.6 : Exemple de régulation pH avec consigne de 5 unités pH.

La régulation permet le contrôle du pH à l'intérieur d'un fermenteur à ± 0.1 unité pH ; précision très suffisante pour obtenir un taux de croissance maximum [30].

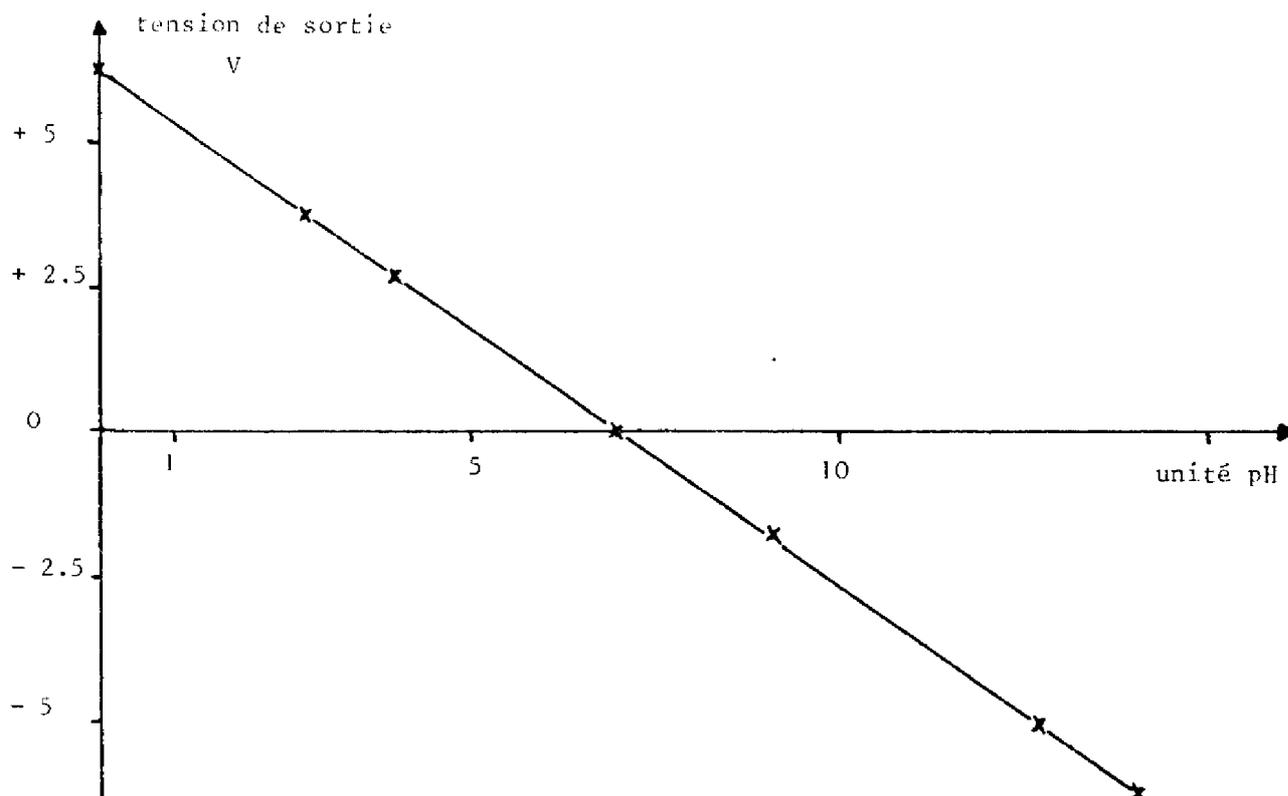


FIGURE 3.7 : Courbe d'étalonnage sonde et pH mètre.

III. 5. 3 - DYNAMIQUE DES REGULATIONS :

Les constantes de temps et les gains qui interviennent dans les boucles de régulation, dépendent principalement :

- pour la température :

- . du volume du liquide dans la cuve,
- . de la capacité thermique,
- . de la vitesse d'agitation,
- . de la température du liquide froid circulant dans le serpentín,
- . de l'intensité traversant la résistance chauffante.

- pour le pH :

- . du volume du milieu,
- . de la concentration en base des solutions versées dans le fermenteur,
- . de la vitesse d'agitation.

Nous avons mesuré les temps de réponse à un échelon positif (20°C à 30°C) et à un échelon négatif (30°C à 20°C) de température (Fig. 3.8) dans les conditions expérimentales suivantes :

Volume liquide : 1,5 l

Nature : eau

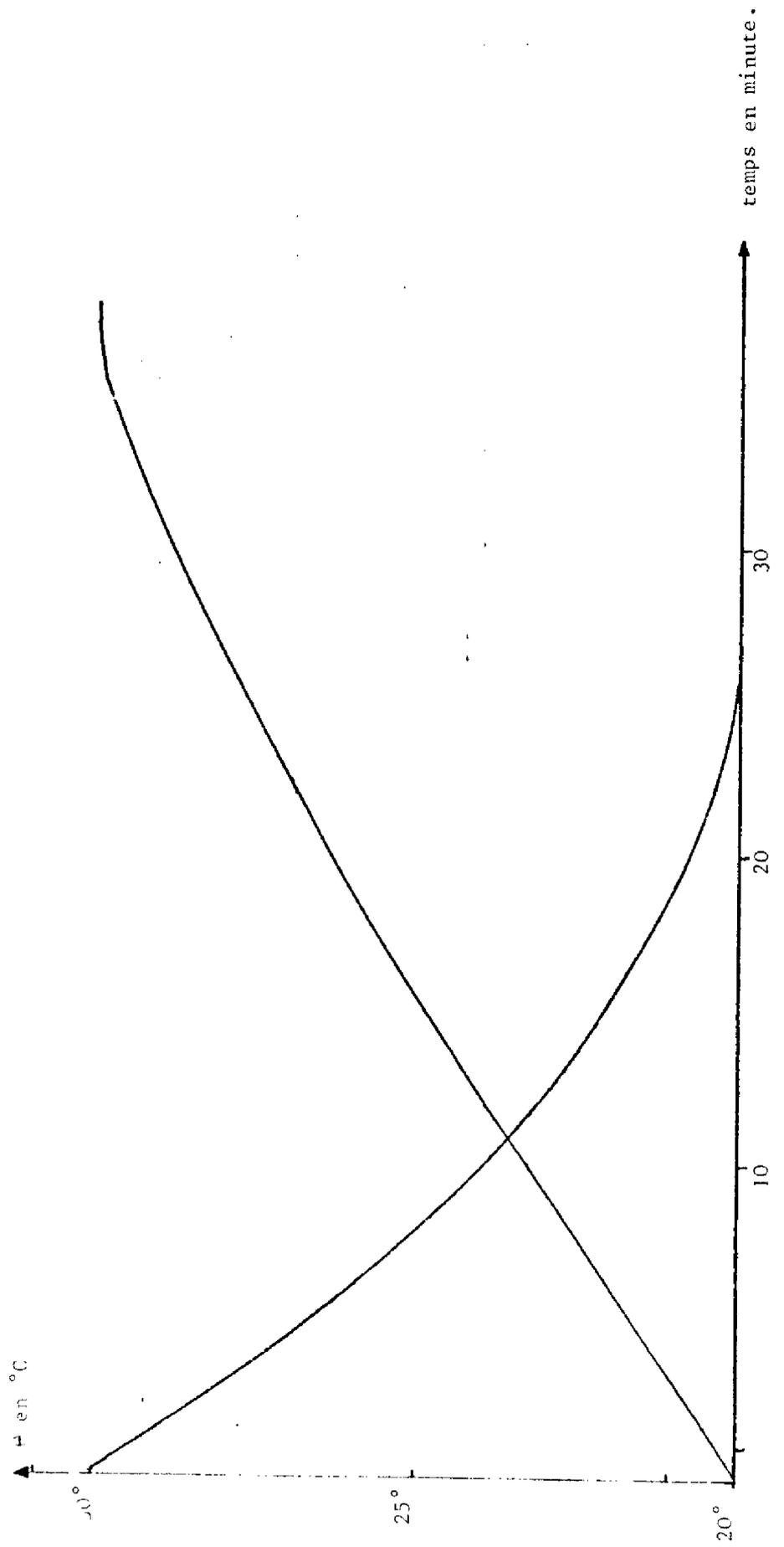
Température liquide froid : 0°C

Résistance chauffante : : 40 W

De même, pour le pH, nous avons étudié la réponse à un échelon positif de 4 unités pH à 7 unités pH (Fig. 3.9).

Le temps de réponse le plus grand que nous observons est de 33 minutes. Il correspond à l'échelon positif de température. Mais les processus de fermentation ont en général des dynamiques de quelques dizaines d'heures, donc beaucoup plus lentes que la dynamique des régulations des températures et pH. Nous pourrions considérer que

FIGURE 3.8 : Réponses à : un échelon de température de 20° à 30°C,
un échelon de température de 30° à 20°C.



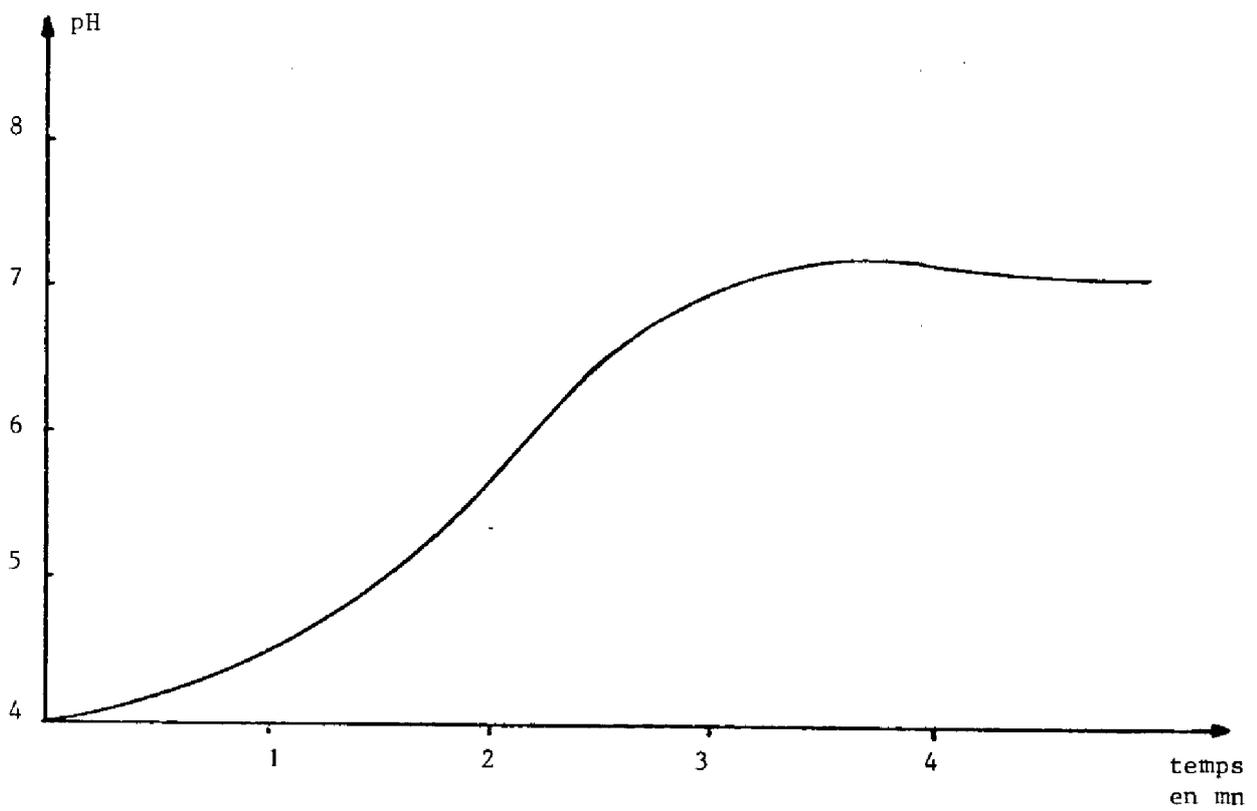


FIGURE 3.9 : Réponse à un échelon de pH de 4 à 7 unités pH.

Lorsque nous faisons évoluer les variables d'environnements en changeant les points de consigne des régulations, les changements voulus interviennent instantanément par rapport à l'évolution du processus.

III. 6 - VARIABLES D'ETAT :

III. 6. 1 - MESURE DE LA CONCENTRATION EN BIOMASSE :

Pour la mesure en ligne de la concentration en biomasse, nous avons recours à une mesure de densité optique (DO). Le calcul de la concentration est basé sur l'évaluation de l'atténuation d'un faisceau lumineux à travers une cellule de mesure contenant le milieu de fermentation.

Sur le circuit d'homogénéisation de chaque fermenteur et sur le circuit de recyclage général, nous disposons d'un ensemble source lumineuse-phototransistor, relié à un amplificateur délivrant une tension fonction de l'opacité de la solution. Le circuit est éclairé sur un côté par une lampe alimentée à courant constant. Après avoir traversé le milieu, le flux lumineux est mesuré par un phototransistor. Le courant produit, est fonction de la concentration en micro-organismes dans le milieu.

La fabrication de ces appareils a été réalisée au Département de Génie Electrique de l'I. N. S. A. T..

Lors de l'utilisation d'un tel capteur, on se heurte à des difficultés dues principalement à l'étalonnage. La précision obtenue n'est pas bonne (bulles parasite, etc...) ; de plus, pour travailler dans la zone de fonctionnement linéaire, la biomasse mesurée ne doit pas excéder 3 g/l. Ce problème peut être levé en effectuant des prélèvements automatiques et des dilutions, mais un prélèvement continu est incompatible avec le volume de nos fermenteurs. La solution retenue est une commutation automatique de gamme de sensibilité ; un dispositif est prévu pour faire un étalonnage rapide avant une campagne de mesure. Un deuxième problème provient de l'encrassement le

la cellule : la biomasse se dépose, ce qui entraîne des erreurs importantes sur la mesure des concentrations. A ce jour, cette difficulté n'est pas résolue.

III. 6. 2 - MESURE DE LA CONCENTRATION EN PRODUIT :

Le principe retenu pour le dosage de l'alcool est une méthode classique : l'analyse par chromatographie en phase vapeur. Nous utilisons un chromatographe INTERSMAT Type IGC 120 ; la technique de mesure étant la suivante :

On dérive en séquence (Fig. 3.10) vers le circuit d'analyse, une partie du milieu de fermentation passant dans le circuit d'homogénéisation ① d'un fermenteur, en ouvrant les électrovannes ② correspondantes. Après une attente de 3 minutes nécessaire au rinçage du circuit, deux microlitres de liquide sont introduits dans la chambre d'injection ④ à l'aide d'une seringue automatique ③ commandée par deux électrovannes pneumatiques. Le liquide est alors vaporisé, poussé dans la colonne de rétention par le gaz vecteur ⑥ et mesuré par un détecteur à ionisation de flamme ⑤

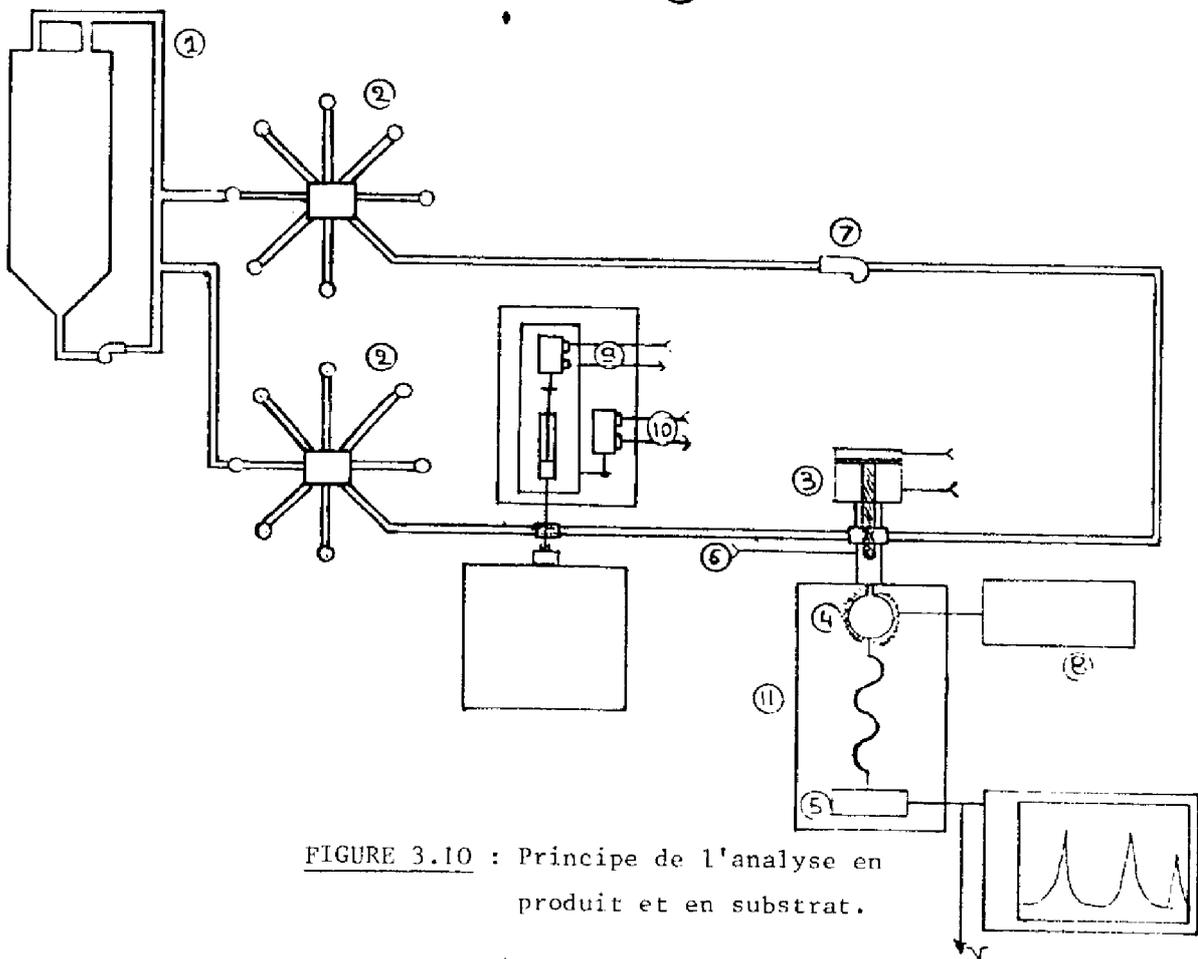


FIGURE 3.10 : Principe de l'analyse en produit et en substrat.

Le double jeu d'électrovannes ② permet de faire une exploitation cyclique du circuit d'analyse sur les six fermenteurs et l'alimentation générale.

Le signal du détecteur, après amplification pour être compatible avec l'entrée du système d'acquisition analogique (- 10 et + 10 Volts), est traité par le calculateur. Il se présente sous forme de pic (Fig. 3.11) de surface (ou hauteur) proportionnelle à la quantité d'éthanol présent dans le fermenteur.

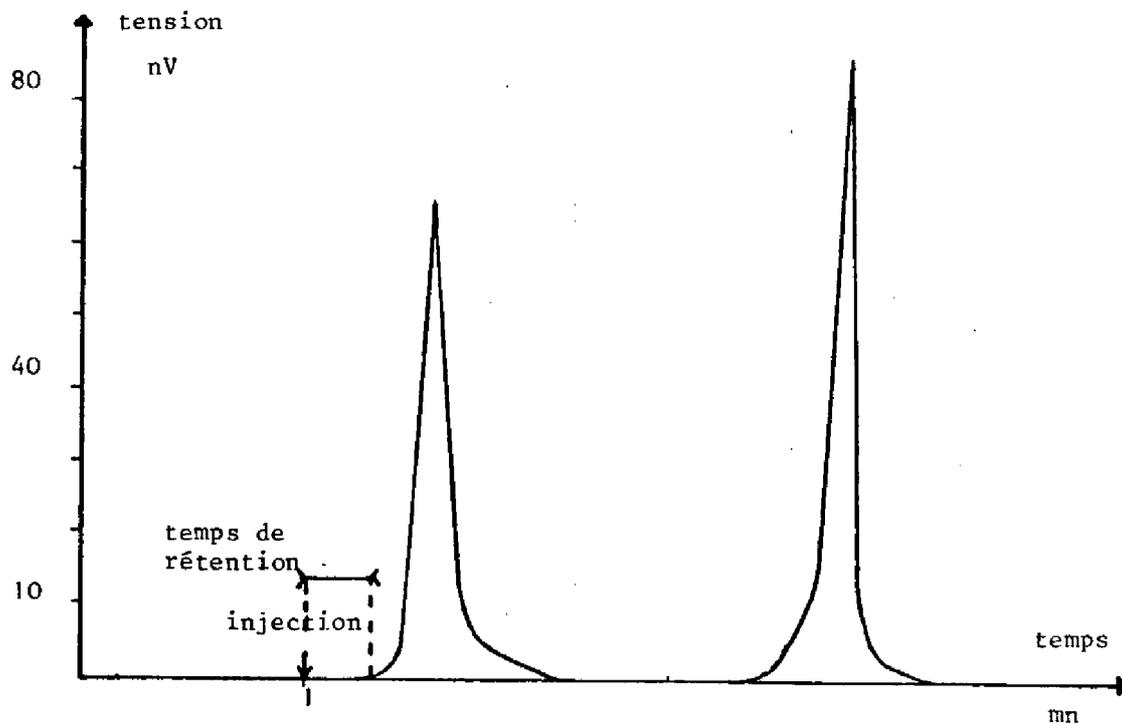


FIGURE 3.11 : Signal de chromatographie.

Le fonctionnement de ce dispositif ainsi que les temps d'attente entre les diverses opérations, sont réalisés par le calculateur, comme nous le verrons dans le chapitre suivant.

Les principaux problèmes auxquels on se heurte lors de l'automatisation de cette technique, sont les suivants :

- injection lors du passage d'une bulle d'air ou de dioxyde de carbone :

Il a été nécessaire d'augmenter le débit dans le circuit d'analyse à l'aide d'une pompe (⑦ Fig. 3.10) pour accélérer le passage des bulles, dans l'injecteur. La probabilité d'injection sur une bulle, n'est pas nulle. Mais, vu la période à laquelle sont réalisées les mesures, de l'ordre de six minutes par fermenteurs, (il faut donc 42 minutes pour mesurer les concentrations des six fermenteurs et du milieu d'alimentation), par rapport aux constantes de temps du système, on peut se permettre d'écarter les mesures paraissant erronées. En pratique, on constate que ce problème se pose assez peu fréquemment.

- durée du temps d'injection :

Ce facteur influence énormément la reproductibilité d'une analyse. Nous avons fixé à quatre secondes, cette durée.

- des problèmes liés au chromatographe lui-même :

Pour pouvoir réaliser des mesures en ligne, nous avons dû modifier la chambre d'injection et l'arrivée du gaz vecteur.

Si l'on ne tient pas compte des points aberrants (injection sur une bulle...), les mesures ainsi obtenues sont entachées d'une erreur de l'ordre de 5 %.

III, 6. 3 - MESURE DE LA CONCENTRATION EN SUBSTRAT :

Nous dosons le glucose par une méthode enzymatique très spécifique et très sensible au moyen d'un analyseur "Yellow Springs Instrument" modèle 23 A.

En présence de glucose, la glucose oxydase transforme celle-ci en acide gluconique et eau oxygénée (réaction I). Une anode de platine oxyde l'eau oxygénée (réaction II). Le courant ainsi créé

entre l'anode et la cathode d'or (Fig. 3.12) est directement proportionnel à la concentration en glucose de l'échantillon injecté. Cette transformation est complétée par la réaction III : sur la cathode, l'oxygène est réduit en eau.

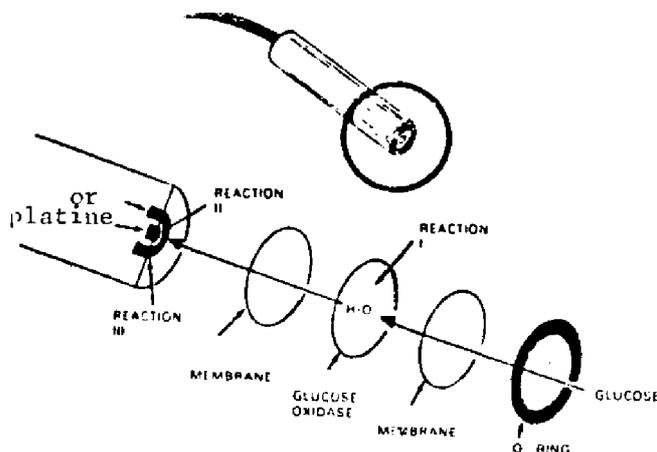
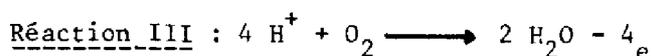
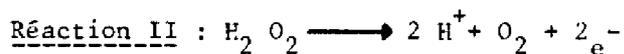
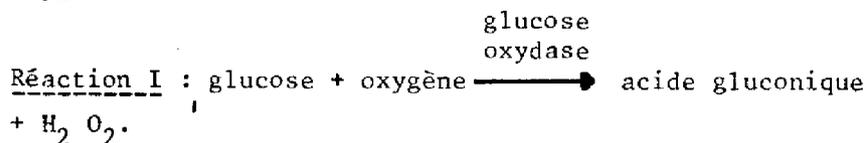


FIGURE 3.12 : Sonde de l'analyseur YSI 23.

L'analyseur dont nous disposons est conçu pour une utilisation manuelle. Nous avons dû l'équiper d'un système d'injection automatique [10] réalisé à partir d'une micro-seringue actionnée par des verins pneumatiques.

Cet appareillage est implanté sur le même circuit d'analyse que le chromatographe (Fig. 3.10). Les électrovannes ② étant ouvertes, on attend 3 minutes pour rincer le circuit et le vérin pneumatique ⑨, qui est actionné deux fois pour rincer le corps de la seringue et une fois pour le remplir. L'aiguille est ensuite introduite dans la chambre de l'analyseur en actionnant le vérin ⑩.

Le vérin ⑨ permet alors d'injecter le milieu de fermentation et ⑩ de retirer l'aiguille de la chambre d'injection. Après 45 secondes l'analyseur fournit une tension proportionnelle à la concentration en glucose du milieu injecté.

Ici aussi, la commande des vérins, le "multiplexage" du circuit d'analyse et l'exploitation des mesures sont gérés par le micro-calculateur. Il en est de même des deux signaux : signal de zéro et signal d'injection qu'il faut transmettre à l'analyseur pour assurer son bon fonctionnement.

L'analyseur répond linéairement jusqu'à 500 mg/dl (5 g/l) quand on injecte 25 microlitres de solution. Pour ne pas avoir à effectuer de dilution, nous n'injectons que 1 microlitre. L'YSI 23 fournit alors un signal linéaire au delà de concentrations de 200 g/l (Fig. 3.13) ; ce qui est suffisant pour les expériences envisagées.

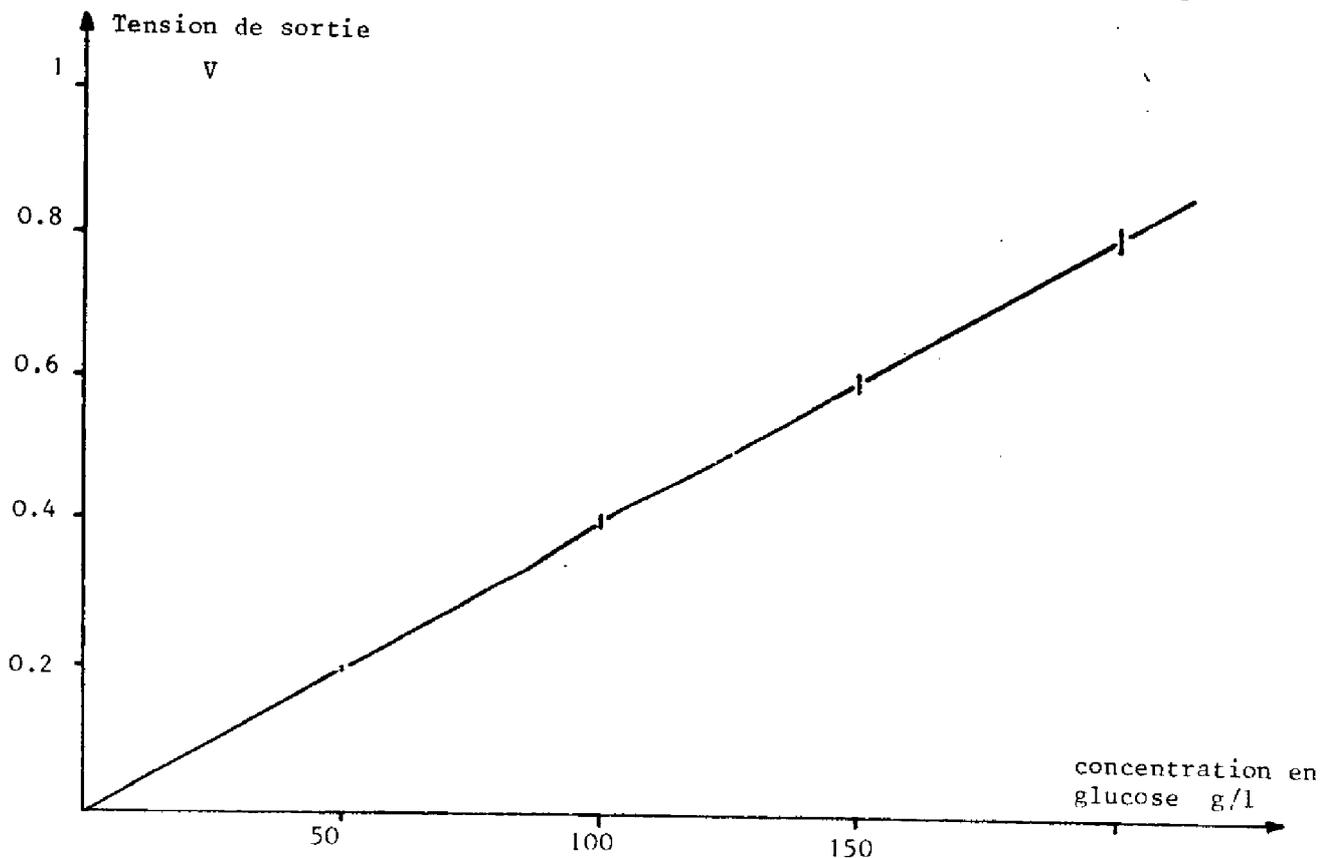


FIGURE 3.13 : Courbe d'étalonnage de l'analyseur de glucose.

III. 7 - VARIABLE ANNEXE :

III. 7. 1 - MESURE DES DEBITS DE DIOXYDE DE CARBONE :

Toute consommation de substrat carboné par phénomène biologique se traduit par un dégagement de dioxyde de carbone. La concentration en CO_2 est donc une variable intéressante, car représentative de la dégradation du substrat.

Nous avons utilisé un microdébitmètre étudié, réalisé et mis au point récemment par une équipe de recherche de l'ONERA-CERT (*) [11]. Il réalise une mesure sélective des petits débits de CO_2 (de l'ordre de 3 l/h maximum) compris dans le gaz qui le traverse, en délivrant des signaux de plusieurs volts.

Les vannes à trois voies dont nous disposons sur chaque fermenteur, permettent soit de dévier la sortie de gaz des cuves vers le débitmètre, soit de la laisser à l'air libre (Fig. 3.14). L'acquisition de la tension représentative du débit de CO_2 et le "multiplexage" des sorties de gaz est, comme pour les autres mesures, géré par le micro-calculateur.

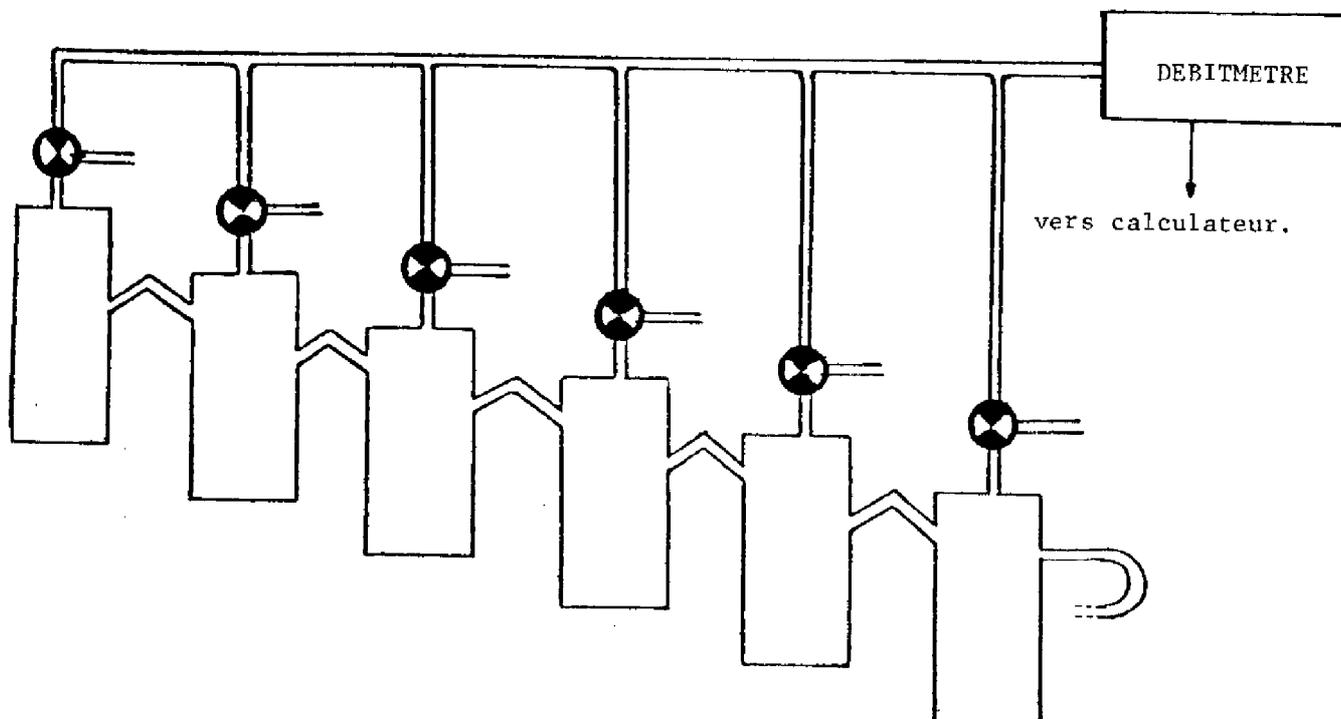


FIGURE 3.14 : Technique de mesure du CO_2 .

(*) Nous tenons à remercier sur ce point Monsieur LIOUSSE, qui nous a obligeamment prêté l'appareillage pour que nous puissions le tester.

Chaque fermenteur est relié au suivant par un tube coudé, ce qui nous assure que le gaz d'une cuve ne se dégage pas dans la suivante.

Nous donnons, Figure 3.15, une courbe d'étalonnage qui paraît peu précise. Cependant, nous pouvons affirmer que l'erreur commise ne provient pas de la tension de sortie du débitmètre utilisé, mais du débit de gaz réglé avec un détendeur n'assurant pas un débit rigoureusement constant.

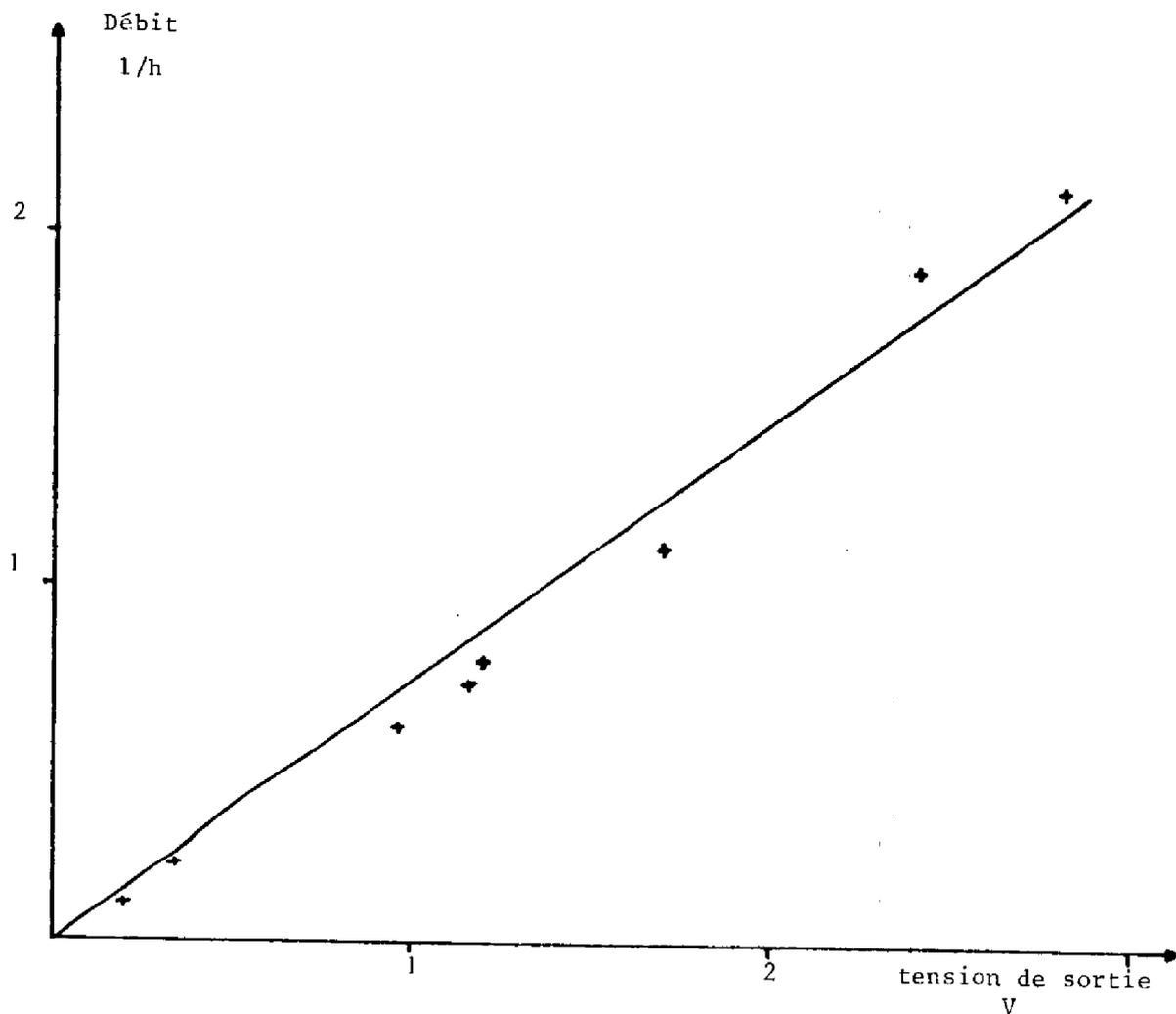


FIGURE 3.15 : Courbe d'étalonnage du débitmètre CO₂.

III. 8 - DESCRIPTION D'UNE FERMENTATION :

La préparation d'une fermentation se présente comme une suite d'opérations à effectuer séquentiellement. Nous décrivons dans ce paragraphe, les principales phases nécessaires à une bonne mise en oeuvre d'une fermentation.

III. 8. 1 - PREPARATION DU MILIEU DE CULTURE :

Cette première phase consiste à préparer le levain, c'est-à-dire mélanger les produits organiques et minéraux qui auront pour rôle de :

- fournir un milieu nutritif que les cellules peuvent dégrader ;
- fournir un support favorisant la croissance des micro-organismes.

Dans notre cas, le seul produit organique introduit dans le milieu de culture est le glucose : cérélose monohydraté qui sera dégradé et assimilé par les micro-organismes.

Les produits minéraux sont :

- phosphate de potassium monopotassique : KH_2PO_4 : 5 g/l,
- sulfate d'ammonium $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$: 2 g/l,
- sulfate de magnésium MgSO_4 : 0.4 g/l.

Une fois préparé, le milieu est stérilisé à 120°C pendant 20 minutes.

III. 8. 2 - STÉRILISATION DU FERMENTEUR, INOCULATION :

a) Préparation de l'inoculum :

L'inoculum est préparé à partir du milieu de culture stérilisé : on laisse refroidir un litre de solution et on ajoute les levures. On met ensuite l'inoculum à incuber à 30°C pendant 12 à 18 heures sur une table agitante. Les levures utilisées sont des *saccharomyces cerevisiae*. UG5.

b) Stérilisation, inoculation :

Lorsque l'on réalise une fermentation, il faut évidemment que seul le micro-organisme sélectionné se développe. Il est donc nécessaire de supprimer les autres germes existant qui pourraient contaminer le milieu. A cet effet, on stérilise le fermenteur, en y faisant circuler, quand il n'y a plus de trace d'humidité, de l'oxyde d'éthylène (10 % d'oxyde d'éthylène, 90 % de dioxyde de carbone) pendant 20 à 30 minutes, et on laisse agir pendant une journée. On balaye ensuite le fermenteur à l'azote pour faire disparaître toute présence d'oxyde d'éthylène. A partir de cet instant, l'inoculum et le milieu de culture sont introduits dans le décanteur. Le premier fermenteur est rempli à partir du décanteur à l'aide d'une pompe ; les fermenteurs suivants sont alimentés par gravité à partir du premier. Quand les six cuves sont pleines, on coupe l'alimentation et on laisse évoluer le système pendant une douzaine d'heures. Le système fonctionne alors en discontinu. L'alimentation en milieu de culture est ensuite rétablie sur le premier fermenteur. Le système après stabilisation est en fonctionnement normal. C'est celui que nous avons étudié, dit fonctionnement continu.

III. 9 - CONCLUSION :

Ce chapitre présente l'unité pilote et son environnement. Il résume un travail de mise au point très important, qui nous a permis d'être confronté aux difficultés technologiques se posant dès que l'automatisation par ordinateur veut être entreprise et en particulier, aux problèmes de mesures en ligne, dont la mise en oeuvre est souvent délicate.

Nous estimons cependant avoir contribué au développement d'un système performant puisque pratiquement l'ensemble des variables intéressantes sont mesurées en ligne avec une précision acceptable, avec une réserve pour la biomasse, la mise au point n'étant pas terminée. Nous rappelons ici, les mesures qui sont effectuées automatiquement :

- concentration en biomasse,
- concentration en glucose,
- concentration en alcool,
- débit de dioxyde de carbone,
- température,
- pH.

Comme nous l'avons mentionné tout au long de ce chapitre, tous les capteurs et actionneurs composant l'unité pilote, sont gérés par un micro-calculateur, et ne nécessitent donc aucune intervention de l'opérateur.

Le seul regret que nous puissions avoir et de ne pas avoir pu exploiter les résultats obtenus sur ce pilote, l'unité n'étant opérationnelle que depuis le mois de novembre 1980.

CHAPITRE IV

CONDUITE DE L'UNITE PILOTE PAR CALCULATEUR NUMERIQUE

IV, 1 - INTRODUCTION :

L'évolution importante ces cinq dernières années, de la micro-informatique, a permis à la conduite numérique de processus physique, de prendre un essor considérable. En effet, le développement des micro-calculateurs, qui a entraîné leur grande souplesse d'utilisation à un prix de revient relativement bas, offre la possibilité d'avoir un calculateur affecté spécifiquement à un système. Ainsi, l'automaticien désirant réaliser la commande d'un processus s'oriente, dans la majorité des cas, vers la conduite numérique.

Un des apports du calculateur dans la commande de processus industriels est sa capacité de surveillance et de centralisation des données. Il permet des essais de longue durée et des interventions sur le système avec une périodicité inaccessible manuellement. Appliqué à la fermentation, il s'avère un outil très utile pour la phase de modélisation et devient indispensable si on veut réaliser l'optimisation du système.

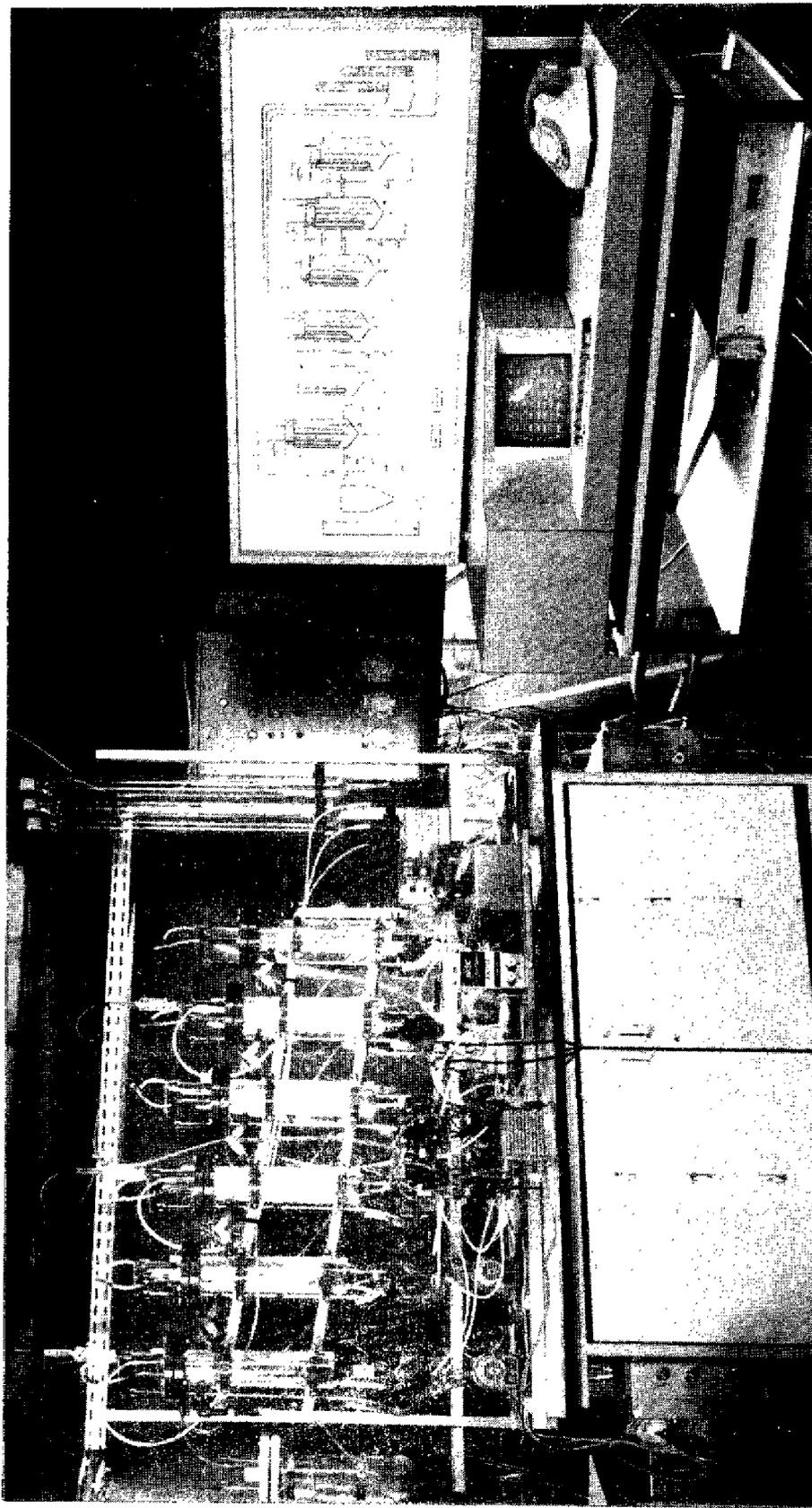
Tout système informatique peut se décomposer en deux grandes parties qui sont :

- le matériel,
- le logiciel.

Nous décrivons dans ce chapitre, les solutions qui ont été retenues pour ces deux parties et le couplage de l'unité pilote de fermentation, avec deux calculateurs en vue de sa conduite.

IV, 2 - LE MATERIEL :

Le système informatique lié au processus que nous avons décrit dans le chapitre précédent, est organisé sur deux niveaux. Un premier niveau composé d'un micro-calculateur, qui assure



Commande numérique d'une Unité Pilote de fermentation à 6 réacteurs en cascade

L'acquisition des mesures et les régulations locales, un deuxième niveau composé d'un minicalculateur, qui analyse les résultats. Ce système peut être divisé en quatre parties : (Fig. 4.3) [44] :

- le microcalculateur,
- les interfaces avec le processus,
- le système de télécommunication assurant la liaison par ligne téléphonique avec le minicalculateur,
- le minicalculateur.

IV. 2. 1 - LE MICROCALCULATEUR :

Le microcalculateur assurant le déroulement en temps réel de l'ensemble des programmes et sous-programmes que nous décrivons plus loin, est construit autour d'un microprocesseur MOTOROLA 6800. Il est implanté sur un châssis doté d'un synoptique où sont visualisées toutes les opérations de commande.

Il comprend :

- . Une carte unité centrale-liaison asynchrone (M 68 ADS1),
- . Une carte mémoires vives de 8 Koctets (MEX 6815-2),
- . Une carte support pour mémoires mortes pouvant recevoir 16 Koctets,
- . Une horloge temps réel connectée au système d'interruption pour gérer le temps,
- . Deux périphériques d'exploitation permettant l'intervention d'un opérateur, pour la modification éventuelle du déroulement des programmes et (ou) la visualisation des variables principales du processus :

- un clavier ASCII à liaison parallèle (N 68 K8D 1),
- un écran vidéo 16 lignes de 64 caractères (N 68 MDM 9).

IV.4. - LES INTERFACES AVEC LE PROCESSUS :

Les échanges d'informations entre le microcalculateur et le processus, sont de deux types :

- analogiques,
- numériques.

o Analogiques :

un système d'acquisition et de conversion analogique-numérique réalisé à partir d'une carte Burr-Brown MP 7216, permet la lecture et le traitement de 16 tensions par le microprocesseur, sur une échelle comprise entre ± 10 volts.

o Numériques :

la totalité des actionneurs du processus sont à commande tout ou rien (électrovannes) ou à impulsions (pompes doseuses). Un ensemble de relais statiques, isolés optiquement, assurent la commande de ces actionneurs à partir d'une carte d'entrée-sortie numérique (N 68 MM0 3 : de 32 lignes au maximum), placée sur le "bus" du microcalculateur (fig. 4.2).

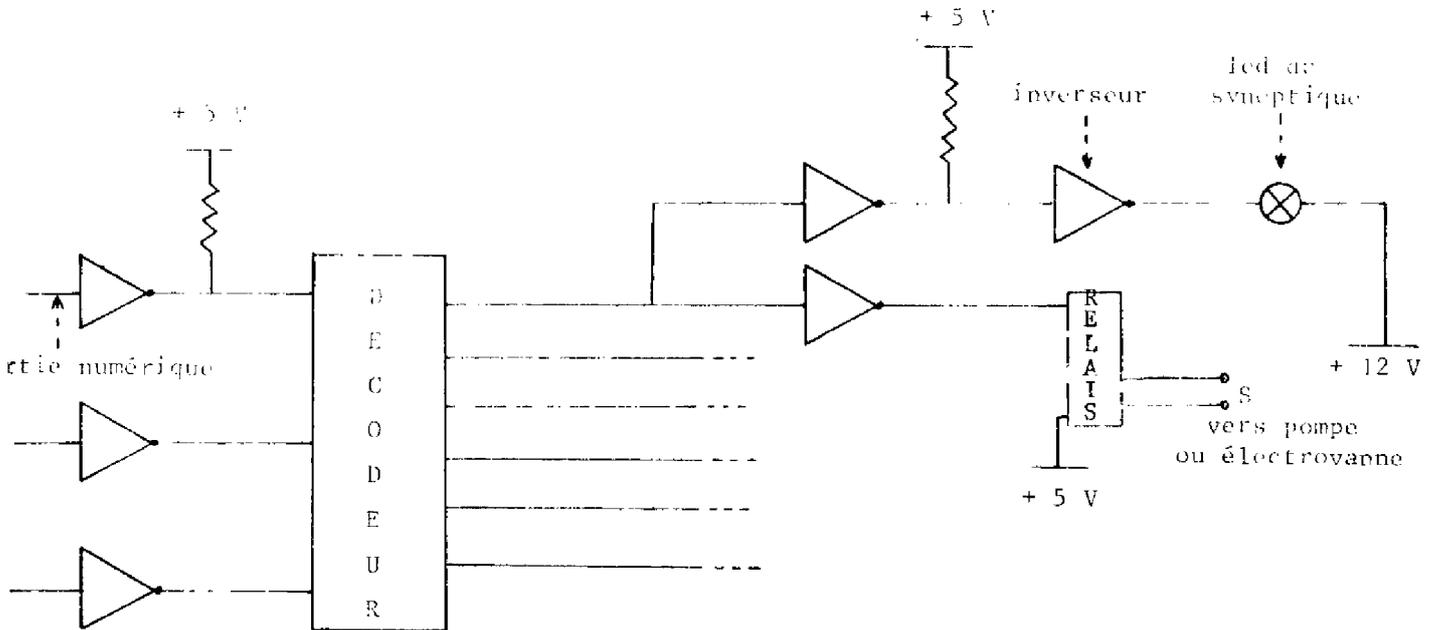


FIGURE 4.2 : Schéma de principe du cablage entre sorties numériques et actionneur.

IV, 2. 3 - LE MINICALCULATEUR :

Le minicalculateur utilisé est un PDP8 - A (Digital Equipment), situé au L. A. A. S. (soit environ 2 kilomètres de l'unité pilote). Il possède une mémoire centrale de 16 Kmots de 12 bits et est couplé aux périphériques suivants :

- . Une imprimante LA 120 (Digital Equipment) à 120 caractères par seconde,
- . Une unité de disque RX 01,
- . Une console graphique TEKTRONIX 4010, à laquelle est associé un reprographe,
- . Une console VISUAL 200.

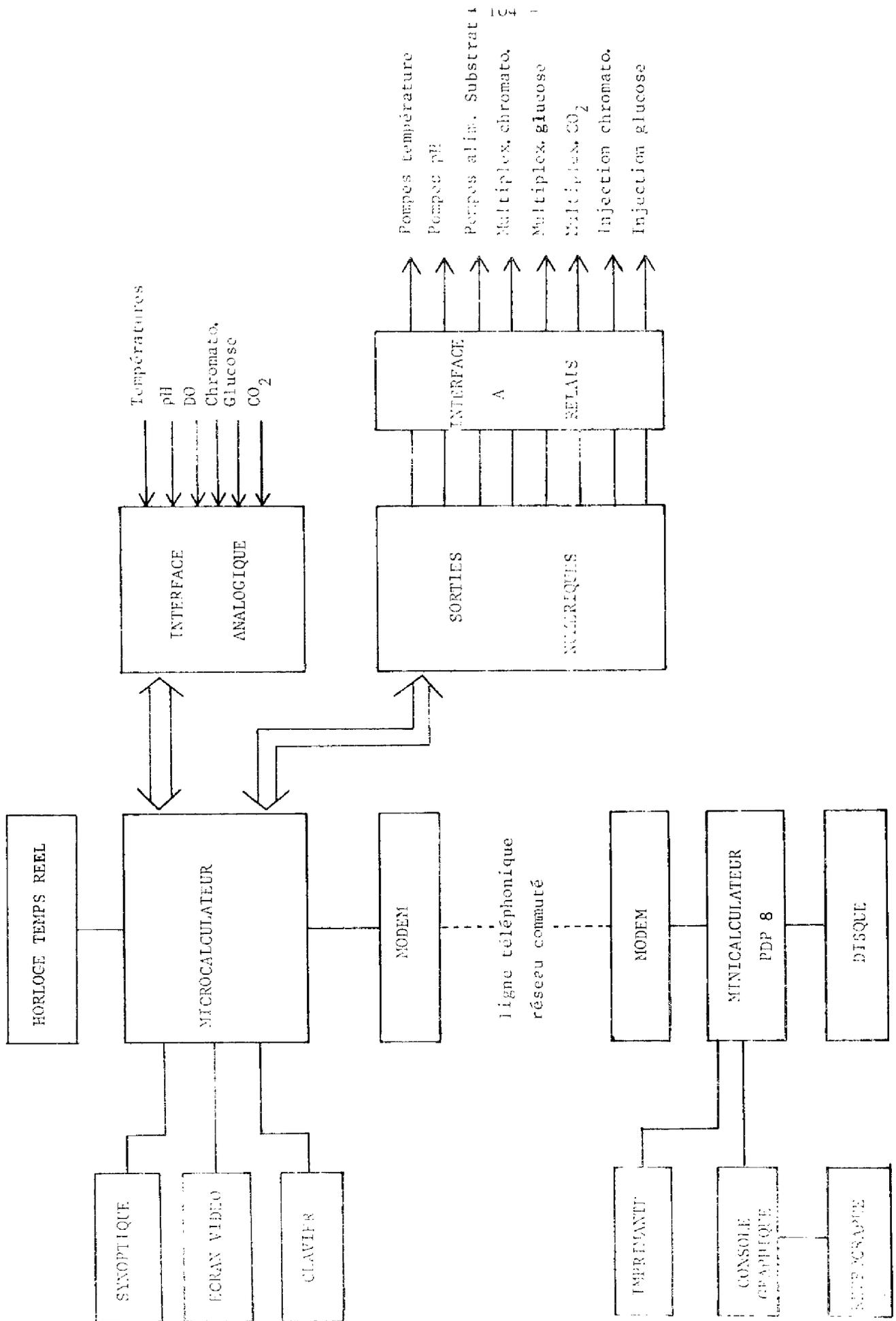


FIGURE 4.3 : Schema bloc du système informatique.

Le minicalculateur est utilisé à un niveau "supérieur", pour exécuter des programmes tels que le stockage d'informations sur mémoire de masse (disque), l'identification et l'optimisation.

IV, 2. 4 - LIAISON TELEPHONIQUE :

Un système modem (modulateur-démodulateur) TELSAT 410, couplé sur le réseau téléphonique commuté, permet une liaison bidirectionnelle entre le microcalculateur installé sur l'unité pilote et le minicalculateur.

IV, 3 - LE LOGICIEL :

Le système informatique a pour rôle essentiel d'effectuer :

- . Les commandes des actionneurs,
- . Les acquisitions des variables,
- . Les régulations locales,
- . Le stockage des résultats,
- . L'identification,
- . L'optimisation.

Les trois premiers points sont traités au niveau du microcalculateur implanté sur le processus, les trois derniers sont effectués par le minicalculateur.

IV, 3. 1 - LOGICIEL DU MICROCALCULATEUR :

IV, 3. 1. 1 - MONITEUR TEMPS REEL :

Un programme moniteur temps réel (*) [34] assure la gestion dans le temps de l'ensemble des travaux indépendants les uns des autres. Il gère aussi le traitement des interruptions associées aux périphériques et permet l'exploitation d'une ligne asynchrone série connectée au MODEM (que nous décrirons plus loin).

(*) Le moniteur temps réel a été développé par Mrs Jean-Pierre OUDILLE et Marc GREZFS-RUEFF, pendant leur stage de fin d'études à l'E. S. E ; Monsieur Denis RIBOT a effectué les modifications nécessaires à son implantation sur notre système.

FIGURE 3.4 : Carte des tâches.

20 MS			1 S			1 HE		
ADRESSE MÉTIER		-NOM	ADRESSE MÉTIER		NOM	ADRESSE MÉTIER		NOM
9 F E 4		compteur	9 F C 8			9 F A C		
9 F E 5		adresse de début	9 F C 9	74		9 F A D		
9 F E 6			9 F C A	00	RECEPH	9 F A E		
9 F E 7		periode	9 F C B	0E		9 F A F		
9 F E 8			9 F C C			9 F B 0		
9 F E 9			9 F C D	7'		9 F B 1	50	
9 F E A			9 F C E	60	ACQPH	9 F B 2	00	PRINT
9 F E B			9 F C F	01		9 F B 3	01	
9 F E C			9 F D 0			9 F B 4		
9 F E D	19		9 F D 1	70		9 F B 5		
9 F E E	E0	ACQDAS	9 F D 2	00	ACQC02	9 F B 6		
9 F E F	00		9 F D 3	01		9 F B 7		
9 F F 0			9 F D 4			9 F B 8		
9 F F 1	7'		9 F D 5	78		9 F B 9		
9 F F 2	D0	SAVORD	9 F D 6	00	SFQEV	9 F B A		
9 F F 3	00		9 F D 7	01		9 F B B		
9 F F 4			9 F D 8			9 F B C		
9 F F 5	63		9 F D 9	66		9 F B D		
9 F F 6	A0	ENLOG	9 F D A	00	OTOPDP	9 F B E		
9 F F 7	01		9 F D B	01		9 F B F		
9 F F 8			9 F D C			9 F C 0		
9 F F 9	6E		9 F D D	70		9 F C 1		
9 F F A	00	PULSE	9 F D E	CO	ACQ'DO	9 F C 2		
9 F F B	0'		9 F D F	01		9 F C 3		
9 F F C			9 F E 0			9 F C 4		
9 F F D	63		9 F E 1	60		9 F C 5		
9 F F E	00	HROM	9 F E 2	00	AL'ROM	9 F C 6		
9 F F F	05		9 F E 3	01		9 F C 7		

Les travaux élémentaires, appelés tâches, sont des sous-programmes du moniteur temps réel. Ils sont écrits en langage assembleur M 6800, en suivant certaines règles, puis placés en mémoire morte du microcalculateur.

Les tâches peuvent avoir les caractéristiques suivantes :

- périodiques : définies par une adresse de début et un nombre représentant la période d'exécution (Fig. 4.4) ;

- non périodiques : définies par une adresse. Elles sont appelées par une autre tâche ;

- non périodiques : associées à une interruption, et déclenchées par l'opérateur.

Le principe de fonctionnement du moniteur temps réel est le suivant :

La période de la tâche étant contenue dans une mémoire, un compteur est incrémenté à intervalle de temps fixe. Le déclenchement d'une tâche se fait lorsque le contenu du compteur est supérieur ou égal à la période ; le compteur étant mis à zéro au départ de la tâche.

On dispose d'une table mémoire vive, qui comprend pour chaque tâche : le compteur, l'adresse de début et la période (Fig. 4.4).

Les tâches sont réparties en trois groupes se distinguant par leur période d'incréméntation des compteurs 20 ms, 1 s, 1 mn.

IV. 3. 1. 2 - COMMANDE NUMERIQUE DU PROCESSUS :

a) Variables d'environnement :

Nous avons indiqué dans le chapitre III, que les régula-

cons de températures et pH étaient du type proportionnel intégral. Le calculateur effectue le calcul de l'erreur ϵ_n entre la consigne θ_{C_n} (ou pH_{C_n}) du $n^{\text{ème}}$ fermenteur et la valeur de la tension de sortie de l'amplificateur, proportionnelle à θ_{S_n} (ou pH_n) température (ou pH) mesuré. La consigne étant préalablement stockée en mémoire, le calcul de la commande de sortie Q représentant le débit de régulation d'un fermenteur, est obtenu à partir de :

$$\text{Si } \epsilon = \theta_C - \theta_S \text{ ou } \epsilon = pH_C - pH_S \quad (1)$$

en continu, l'expression de Q_r est :

$$Q_n(t) = k \left[\epsilon(t) + \frac{1}{T_i} \int_0^t \epsilon(\tau) d\tau \right] \quad (2)$$

Mais les mesures sont effectuées périodiquement. Si on discrétise l'expression (2), ces calcul faits, nous obtenons un débit de régulation sous la forme d'une équation récurrente (?) :

$$Q_n = Q_{n-1} + K_1 (\epsilon_n - \epsilon_{n-1}) + K_2 \epsilon_{n-1} \quad (3)$$

Les valeurs des coefficients K_1 et K_2 ont été fixées à :

$$K_1 = 2.5 \quad \text{et } K_2 = 1.0 \text{ pour la température,}$$

$$K_1 = 2.5 \quad \text{et } K_2 = 0.5 \text{ pour le pH}$$

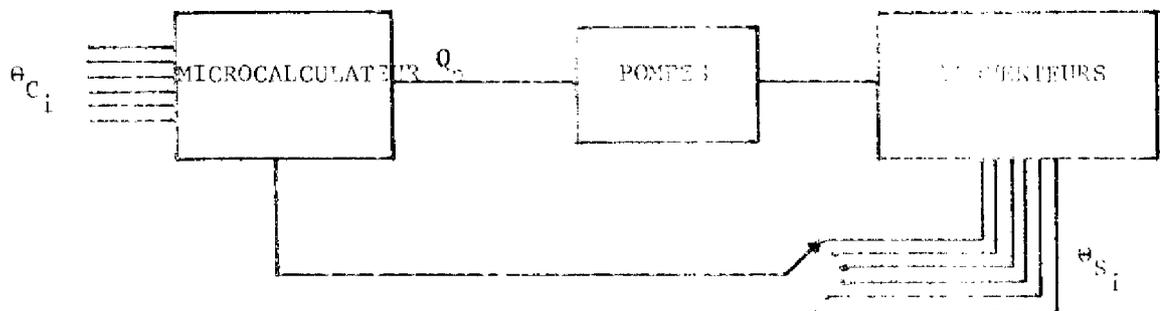


FIGURE 7.5 : Schéma de commande par microcalculateur.

Les six températures sont multiplexées sur une entrée analogique par un système de multiplexage à relais commande par le microcalculateur ; par contre, pour le pH, nous utilisons trois entrées logiques reliées aux sorties des trois pH mètres.

Toutes les 2 secondes, le microprocesseur procède à l'acquisition de la mesure d'une température et d'un pH.

Pour accomplir un cycle de mesure de la température sur les 6 fermenteurs, il faut 12 secondes et 6 secondes (3 x 2 s) pour celui du pH. La tâche calculant les débits associés aux régulations locales sera donc exécutée toutes les 12 secondes. La tâche de commande des pompes qui calcule la période des impulsions à partir des débits de régulation et des débits par coup (cf. Chap. III. 4), étant exécutée toutes les 100 ms.

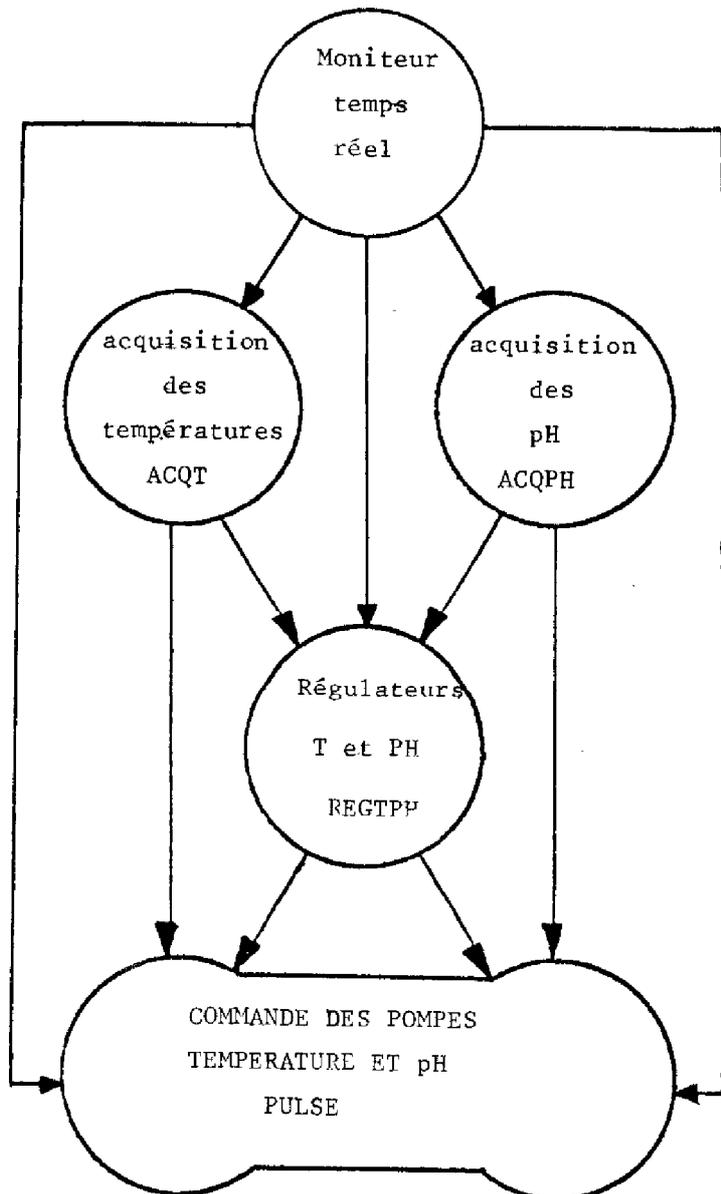


FIGURE 4.6 : Organisation des tâches de mesure et régulation de température et pH

b) Variables d'état :

Le fonctionnement du dispositif de mesure de la concentration en substrat et en produit est assuré par la même tâche (SEQEV) qui est exécutée toute les secondes. Les différentes fonctions du programme, sont les suivantes :

- . Ouvrir les électrovannes du circuit d'analyse,
- . Actionner l'injecteur automatique du chromatographe,
- . Déclencher l'exécution de la tâche de traitement du signal de chromatographie,
- . Actionner la seringue automatique de l'analyseur de glucose,
- . Effectuer l'acquisition des valeurs des concentrations en substrat,
- . Gérer les attentes nécessaires entre les diverses opérations,
- . Déclencher l'exécution d'une tâche détectant si on a effectué plus de 450 dosages sucre, afin de procéder au changement de la membrane de la sonde de l'analyseur.

Nous avons vu (Chap. III), que le signal de chromatographie se présente sous forme de pics de surface proportionnelle à la concentration en alcool. La tâche d'exploitation de ce signal réalise les fonctions suivantes :

- mesure de la valeur VLB de la ligne de base du signal, lors de l'injection ;

- intégration par la méthode des rectangles du signal

$V_p(t)$:

$$I = T \sum_{k=1}^N (V_p(t_k) - VLB) \quad (4)$$

T : période d'échantillonnage (20 ms)

t_k : instant d'échantillonnage

N : nombre défini par la relation :

$$V_p(t_N) - VLB < \frac{V_{\max} - VLB}{100} \quad (5)$$

où V_{\max} est la valeur maximum du signal $V_p(t)$ au cours de l'analyse.

- calcul de $P = K \cdot I$

K = constante d'étalonnage.

Le matériel de mesure de la concentration en micro-organismes délivre 7 signaux correspondant aux six fermenteurs et au circuit de recyclage. Ils sont comme pour la température, multiplexés sur une entrée de la carte analogique. On effectue la lecture et l'acquisition d'une tension toutes les 2 secondes.

IV. 3. 1. 3 - PROGRAMMES ANNEXES :

Parallèlement aux programmes d'acquisitions de mesures et de régulation des variables locales, le microcalculateur gère un logiciel d'exploitation :

Programme d'édition du journal de bord : Fig. 4.7.

Le microcalculateur utilise la table des variables pour éditer périodiquement un journal d'exploitation sur l'écran vidéo. Toutes les variables du processus ainsi que l'heure sont affichées et permettent d'avoir une vue globale du système à tout instant.

	F1	F2	F3	F4	F5	F6
T	29.1	30.2	30.1	30.1	29.8	30.0
pH	4.9		4.9		5.0	
X	1.03	1.86	2.10	2.49	2.62	2.66
S	147.51	130.36	109.77	99.48	86.79	73.75
P	18.13	25.49	32.84	37.10	44.67	49.92
CO ₂	0.24	0.28	0.37	0.41	0.43	0.46
DR :	0.030	DA :	0.185	TD :	0.083	
						12 24 34

FIGURE 4.7 : Exemple d'un journal d'exploitation.

Dialogue opérateur-calculateur :

L'opérateur a accès au logiciel interne du microcalculateur. Il peut lire ou modifier le contenu d'un mémoire, écrire et faire exécuter des programmes à partir du clavier en utilisant normalement l'éditeur du M 6800, ceci sans interrompre le moniteur temps réel.

De plus, une tâche testant une entrée logique, mise à 1 ou à 0 par l'intermédiaire du clavier, donne accès à un programme permettant la lecture et la modification des consignes de température et pH.

Sauvegarde des consignes :

A l'aide d'un dispositif électronique et d'un logiciel approprié, le moniteur temps réel peut démarrer tout seul, après une coupure secteur (ce qui est relativement fréquent). Nous avons élaboré un programme, s'exécutant une fois au départ du moniteur, qui permet d'afficher des consignes de sauvegarde.

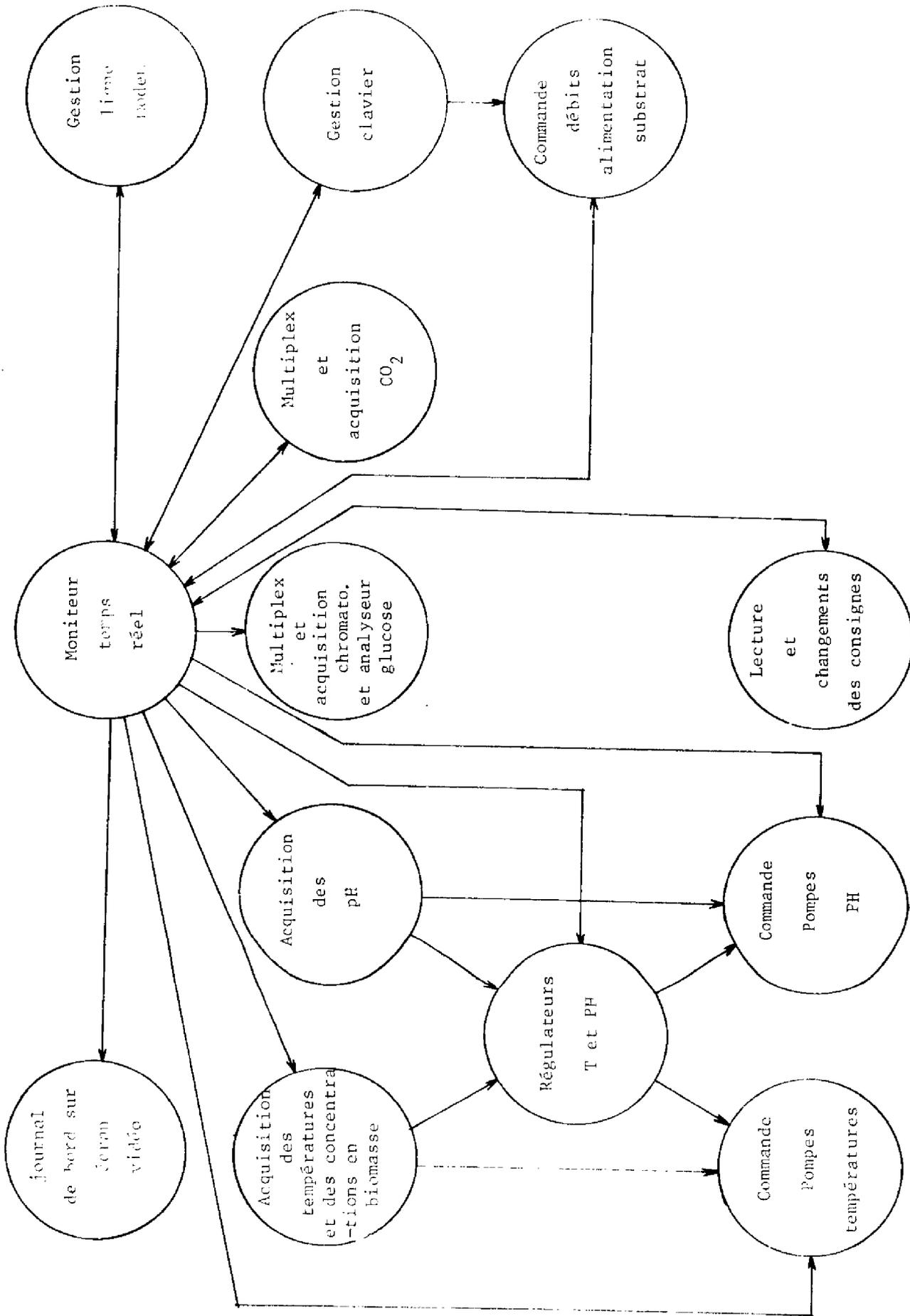


FIGURE 4.8 : Organisation du logiciel du microcalculateur.

Bloc de calcul en virgule flottante :

Nous disposons d'une bibliothèque de sous-programmes de calcul en flottant, qui réalise quelques fonctions particulières nous permettant d'effectuer le traitement de nombres en flottant.

Liaison M 6800 - PpP8 :

Le moniteur temps réel permet l'exploitation d'une ligne a asynchrone, série connectée au MODEM. Un logiciel approprié nous permet de transmettre toutes les 30 minutes, par liaison téléphonique (30 caractères/seconde), le contenu des mémoires associées à l'écran de visualisation. Ainsi, on reçoit en bout de ligne (L. A. A. S.) une image de l'écran vidéo représentant le bulletin d'analyse du système, qui est ensuite stocké sur mémoire de masse (disque associé au minicalculateur).

L'ensemble des programmes et sous-programmes que nous venons de décrire occupent 10032 mots, soit environ 10 Kmots de la carte de mémoires mortes. Nous donnons Figure 4.9, le plan d'occupation de cette mémoire.

IV, 3. 2 - LOGICIEL DU MINICALCULATEUR :

Pour l'étude du processus, c'est-à-dire l'analyse des résultats, un microcalculateur est insuffisant. Nous nous sommes donc orientés vers la double connexion du microcalculateur avec le processus d'une part, et avec un calculateur plus puissant, d'autre part.

En dehors du rôle de stockage d'information, le minicalculateur est utilisé pour la surveillance du processus, mais surtout pour l'identification paramétrique et l'optimisation en fonction des variables de commande.

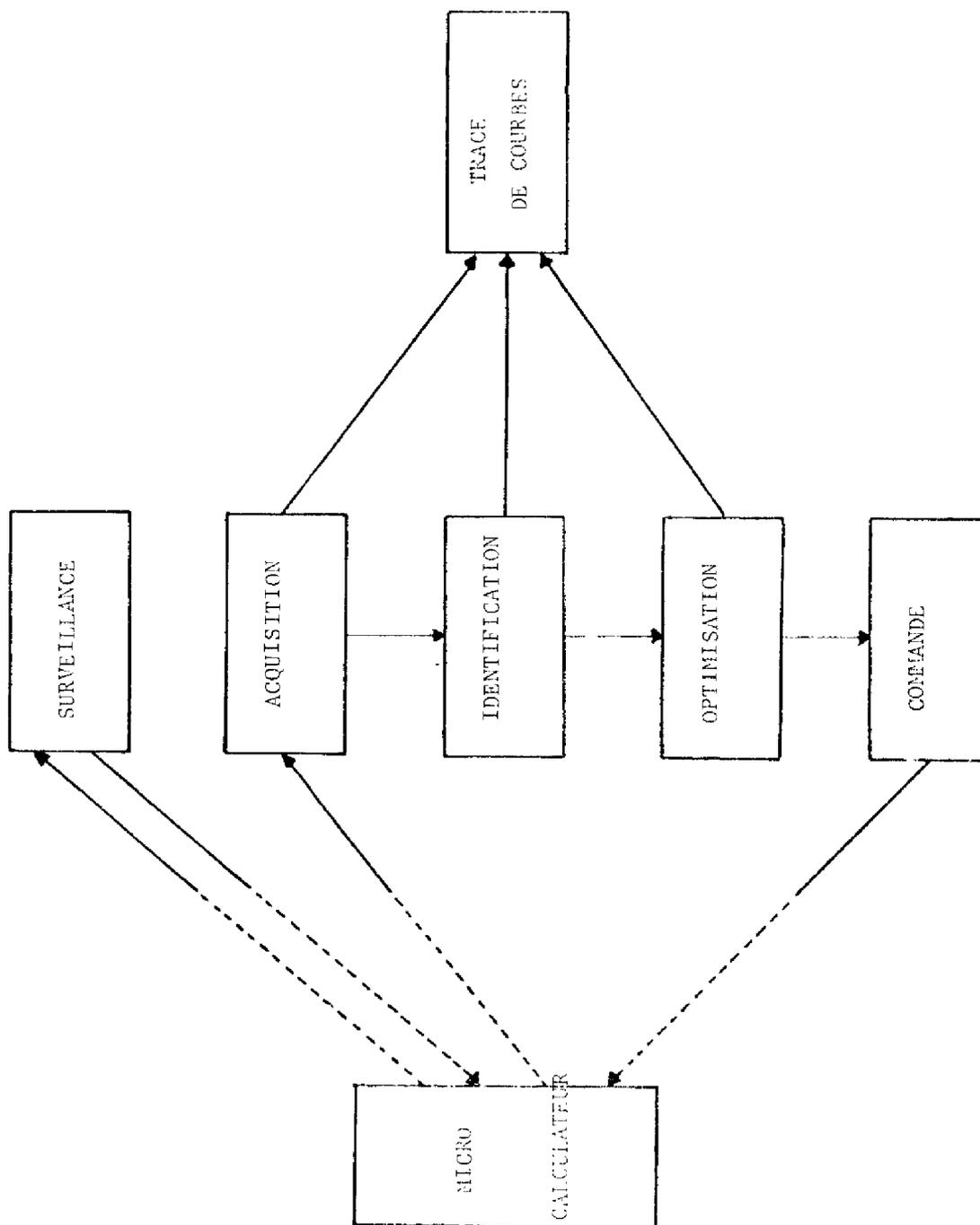


FIGURE 4.11 : Organisation du logiciel du PDP 8 - A

a) Surveillance :

A l'aide du système MODEM et d'un logiciel approprié, nous pouvons, à partir du PDP 8, visualiser ou modifier la configuration d'une mémoire du microcalculateur et ainsi intervenir sur le déroulement de programmes assurant les acquisitions ou les régulations ou bien simplement, nous assurer du bon fonctionnement du système.

b) Identification : (cf II) :

Nous avons élaboré un programme qui effectue l'identification des 8 paramètres du modèle mathématique. Il est écrit en langage évolué (FORTRAN), et basé sur le principe de la troisième méthode décrite au Chapitre II. Son exécution est commandée par l'opérateur à partir de la console connectée au minicalculateur.

c) Optimisation :

Il est prévu [10] d'implanter sur le minicalculateur, un programme réalisant l'optimisation statique et dynamique du processus étudié.

d) Tracé de courbe :

Le résultat des programmes d'identification, d'optimisation et les bulletins d'analyse, sont mis sur fichier utilisés par un programme de tracé de courbes sur la console TEKTRONIX. L'opérateur peut ainsi tracer l'évolution de toutes les variables du processus (X, S, P, T, pH) ou se rendre compte si l'identification s'est effectuée correctement. Un exemple de tracé est représenté sur la figure 4.10. Il peut être, éventuellement, conservé au moyen d'un reprographe associé à la console.

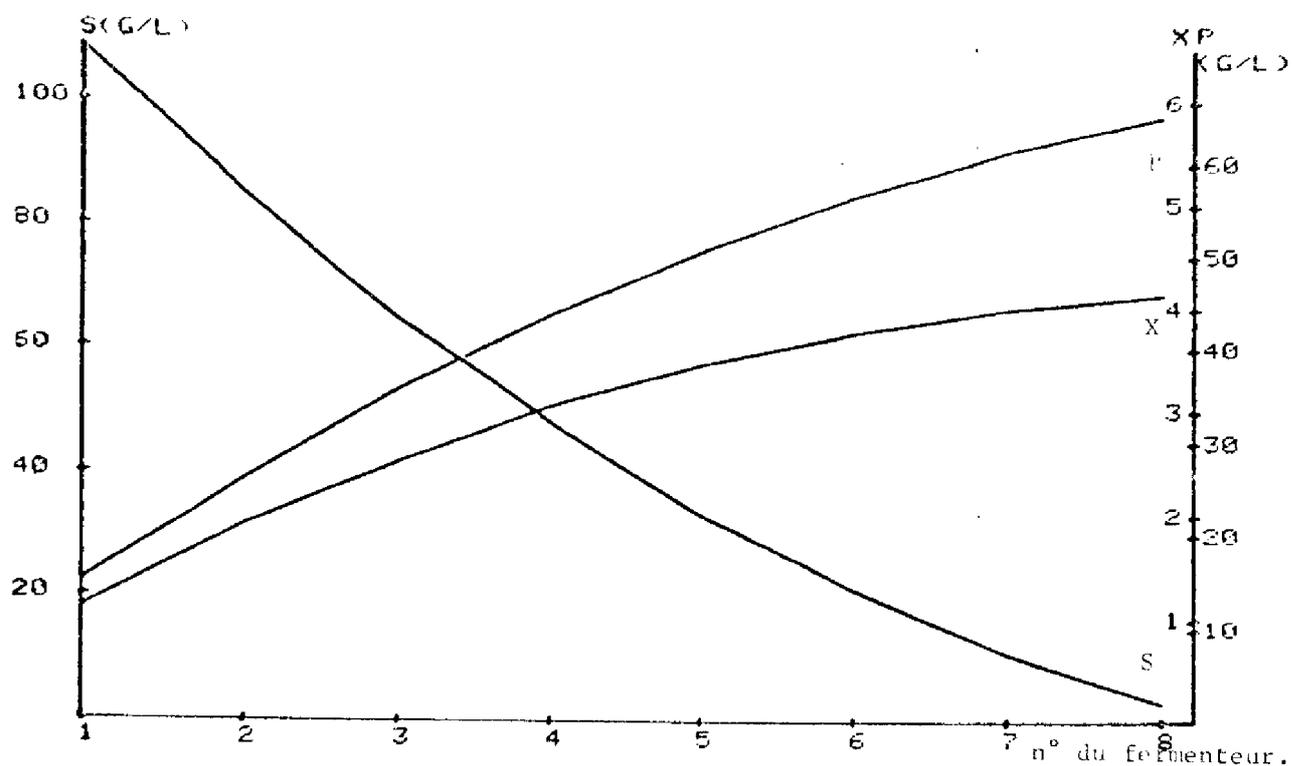


FIGURE 4.10 : Exemple de tracé de courbe sur la console graphique.

Parallèlement aux rôles décrits ci-dessus, le minicalculateur est aussi utilisé comme système de développement du logiciel adapté au microprocesseur MOTOROLA 6800.

IV. 4 - CONCLUSION :

L'introduction d'un calculateur dans l'automatisation d'un processus de fermentation nous paraît être un des points essentiels pour l'amélioration des performances du système. En effet, le système informatique permet des études expérimentales de longue durée en enregistrant l'état complet de l'ensemble des fermenteurs, toutes les heures : période très suffisante comparée à la dynamique du processus.

Les mesures en ligne et les régulations locales s'effectuent avec une précision acceptable. Il faudrait cependant élaborer un programme réalisant l'élimination automatique des points aberrants apparaissant sur le bulletin d'analyse (injection sur une bulle de CO₂, circuit d'analyse bouché par exemple), ceux-ci pouvant perturber de façon importante, l'identification paramétrique.

Bien que nous n'ayons pas pu tester en ligne, l'ensemble du logiciel, en particulier les programmes d'acquisition des résultats par le minicalculateur et d'identification paramétrique, nous pensons avoir à notre disposition, un système très performant qui permettra des études théoriques plus approfondies portant principalement sur la phase d'optimisation qui n'a pas été abordée dans cet exposé.

Nous n'avons pas fait figurer dans ce chapitre les organigrammes et les listings correspondant à la conduite en temps réel car nous pensons qu'ils offrent peu d'intérêt, puisque le logiciel a été développé en fonction des capteurs utilisés et des problèmes liés à l'unité pilote et demeure très spécifique à notre système.

En dehors des considérations techniques, le système informatique dont nous disposons : microcalculateur, minicalculateur couplé à un environnement périphérique important, nous a permis de nous familiariser avec de nombreux aspects de la commande en temps réel, ce qui représente un enrichissement personnel non négligeable.

CONCLUSION

il n'est plus nécessaire de démontrer l'intérêt de la commande optimale et ses applications aux calculateurs temps réel ainsi que les améliorations sensibles qui en découlent par rapport aux techniques traditionnelles de fonctionnement des processus de fermentation.

L'application de ces techniques se heurte essentiellement à deux problèmes :

- la représentation mathématique des phénomènes de croissance des levures et d'excrétion de métabolite à cause de la complexité et du nombre de réactions élémentaires mises en jeu ;

- la nécessité de mesurer en ligne, les principales grandeurs des processus de fermentation, dans le but d'obtenir des informations sur le comportement du système et de déterminer une politique de commande, en temps réel, du procédé.

L'étude que nous avons effectuée, constitue une approche de ces deux problèmes. A partir d'études expérimentales et théoriques réalisées au Laboratoire de Génie Biochimique de l'I. N. S. A. T., nous avons développé un modèle macroscopique de la fermentation alcoolique qui, après identification des paramètres, permet de décrire correctement les phénomènes observés tels que :

- . La croissance de la biomasse,
- . La dégradation du substrat,
- . La production d'éthanol.

Nous avons développé plusieurs principes d'identification paramétrique basés sur la méthode du modèle dont un est destiné à l'identification en ligne. L'avancement des travaux ne nous a pas permis de l'appliquer en temps réel, mais sa rapidité d'exécution et sa faible occupation mémoire devrait permettre son utilisation sur un minicalculateur.

Parallèlement aux études théoriques de modélisation et d'identification, nous avons contribué à l'automatisation d'une unité pilote composée de six réacteurs en série. Un système informatique basé sur la double connexion d'un microcalculateur avec le processus d'une part, et avec un calculateur plus puissant d'autre part, devrait permettre d'effectuer, en temps réel, l'ensemble des mesures nécessaires à une meilleure connaissance du processus. Ce travail, sur unité pilote, nous a permis de nous familiariser avec les nombreuses difficultés théoriques et pratiques posées par la fermentation ainsi qu'avec les techniques de conduite numérique de processus en temps réel. Si tous les problèmes liés à la mesure en ligne de variables, ne sont pas résolus complètement, nous pensons cependant avoir contribué au développement d'un système fiable et précis. En effet, la concentration en alcool, la concentration en sucre, la température, le pH et le débit de dioxyde de carbone en sortie, sont mesurés avec une précision acceptable, seule la détermination de la concentration en biomasse reste imparfaite et se heurte à un problème de capteur.

Il est évident que notre étude ne constitue pas un point final, mais une étape vers l'optimisation du processus. Bien-que nous ne l'exposions pas dans ce mémoire, nous avons élaboré une commande optimale statique basée sur des critères généraux faisant intervenir des notions de productivité et de coût mais, limitée aux variables de commande (D_1 , S_{O1}) du premier réacteur. Il n'en demeure pas moins, qu'une étude plus précise doit être entreprise en considérant une alimentation répartie sur les trois premiers fermenteurs. Mais pour réaliser une réelle conduite optimale, il est nécessaire de définir un principe d'optimisation dynamique et de l'adapter au minicalculateur. Ce sont ces derniers points, tout autant que l'amélioration des performances des systèmes de mesure, qui font l'objet des travaux de recherche de M. BOVEE et DOURADO.

NOMENCLATURE

D_n : $\frac{Q_n}{V}$ taux de dilution dans l'étage n (h^{-1}).

K_{is} : constante d'inhibition par le substrat ($g.l^{-1}$).

K_p : constante d'inhibition par le produit (modèle IERUSALIMSKI) ($g.l^{-1}$).

K_s : constante d'inhibition par le substrat (modèle MONOD) ($g.l^{-1}$).

m : coefficient de maintenance (h^{-1}).

n : nombre d'étages.

P : concentration en éthanol dans le milieu de fermentation ($g.l^{-1}$).

P_o : concentration en éthanol à l'entrée du premier réacteur ($g.l^{-1}$).

P_c : concentration maximale en éthanol dans le milieu de fermentation ($g.l^{-1}$).

P_L : concentration limite en éthanol dans le milieu de fermentation ($g.l^{-1}$).

P_m : concentration en éthanol mesurée expérimentalement ($g.l^{-1}$).

P_n : concentration en éthanol dans l'étage n ($g.l^{-1}$).

- Q_n : débit d'alimentation de l'étage n ($l.h^{-1}$).
- Q_R : débit de recirculation ($l.h^{-1}$).
- q : vecteur de paramètre à identifier.
- r_p : vitesse de production d'éthanol ($g.l^{-1}.h^{-1}$).
- $(r_p)_n$: vitesse de production d'éthanol dans l'étage n ($g.l^{-1}.h^{-1}$).
- r_s : vitesse de consommation du glucose ($g.l^{-1}.h^{-1}$).
- $(r_s)_n$: vitesse de consommation du glucose dans l'étage n ($g.l^{-1}.h^{-1}$).
- r_x : vitesse de production de biomasse ($g.l^{-1}.h^{-1}$).
- $(r_x)_n$: vitesse de production de biomasse dans l'étage n ($g.l^{-1}.h^{-1}$).
- S : concentration en glucose dans le milieu de fermentation ($g.l^{-1}$).
- S_0 : concentration en glucose à l'entrée du premier réacteur ($g.l^{-1}$).
- S_n : concentration en glucose dans l'étage n ($g.l^{-1}$).
- S_m : concentration en glucose mesurée expérimentalement ($g.l^{-1}$).

S_d : concentration en glucose à l'instant $t = t_0$ ($g.l^{-1}$).

S_{0n} : concentration en glucose de l'alimentation du $n^{i\grave{e}me}$ étage ($g.l^{-1}$).

\underline{u} : vecteur de commande du système.

V : volume d'un étage (l).

X : concentration en biomasse ($g.l^{-1}$).

X_d : concentration en biomasse à l'instant $t = t_0$ ($g.l^{-1}$).

X_0 : concentration en biomasse à l'entrée du premier réacteur ($g.l^{-1}$).

X_m : concentration en biomasse mesurée expérimentalement ($g.l^{-1}$).

X_n : concentration en biomasse dans l'étage n .

Y_p : taux de conversion du substrat en métabolite.

Y_x : taux de conversion limite du substrat en biomasse.

\underline{y} : vecteur d'état du modèle.

\underline{y}_m : vecteur de sortie du processus.

- α : coefficient d'activité de production d'éthanol par les cellules en croissance.
- β : vitesse spécifique de production d'éthanol par des cellules non proliférantes (h^{-1}).
- μ : taux de croissance (h^{-1}).
- μ_n : taux de croissance de l'étage n (h^{-1}).
- μ_{max} : taux de croissance maximal (h^{-1}).
- v_p : vitesse spécifique de production d'éthanol (h^{-1}).
- v_m : vitesse spécifique maximale de production d'éthanol (h^{-1}).
- θ : température ($^{\circ}C$).

BIBLIOGRAPHIE

- [1] AIBA S. - SHODA M. - NAGATANI M.
Kinetics of product inhibition in alcohol fermentation.
Biotechn. and Bioeng., X, 845 (1968).
- [2] AIBA S. - SHODA M.
Reassessment of the product inhibition in alcohol fermentation.
J. Ferm. Technol. (Japan), 47, 790 (1969).
- [3] AIBA S. - HUMPHREY A. - MILLIS S.
Biochemical Engineering. Academic Press (1972).
- [4] ATKINSON B.
Biochemical Reactors - Pion (1974).
- [5] BAILEY J. E. - OLLIS D. F.
Biochemical Engineering Fundamentals.
Mac Graw-Hill (1977).
- [6] BAUDON J.
Conduite numérique d'une unité de fermentation continue.
3e cycle, L. A. A. S. - UPS, 8 janvier 1975.
- [7] BAZUA C. D. - WILKE C. R.
Ethanol effects on the kinetics of a continuous fermentation with
saccharomyces cerevisiae.
Report LBL - 4423 (1975).
- [8] BOUDAREL R. - DELMAS J. - GUICHET P.
Programmation non linéaire et ses applications. Tome II.
Dunod PARIS 1968.
- [9] BOURDAUD D.
Contribution à l'identification et à l'optimisation de procédés de
fermentation discontinue.
3e cycle, INPG, 21 juin 1974.

- [10] BOVEE J. P.
Commande optimale d'un réacteur cascade.
Docteur ingénieur, L. A. A. S - UPS, à paraître.
- [11] CALVET P. - LIOUSSE F. - PLATET P.
Microdébitmètre à fil chaud et ses applications aux mesures de masses volumiques de gaz et à la thermométrie différentielle (Licence ANVAR - Société CEIS) Journées industrielles de la Société Française de Physique, TOULOUSE.
- [12] CORDONNIER M. - KERNEVEZ J. P. - LEBEAULT J. M. - KRYZE J.
A microprocessor for control and identification of fermentation processes.
Preprints : First European congress on Biotech. 166 (1978).
- [13] DEAN A. C. R. - ELLWOOD D. C. - EVANS C. G. I. - MELLING J.
Continuous culture 6 : Applications and new fields.
Ellis Howood L. T. D. (Chichester) (1976).
- [14] GHOSE T. K. - TYAGI R. D.
Rapid ethanol fermentation of cellulose hydrolysate :
II Product and substrate inhibition and optimisation of fermentor design.
Biotechnol. Bioeng., 21, 1387-1400, (1979).
- [15] GOMA G. - MOLETTA R. - NOVAK M.
Biotechnol. Letter (1979).
- [16] GOMA G. - RIBOT D.
Modélisation et identification des paramètres de la croissance en continu de *Candida lipolytica* sur n-alcanes.
APCET, Mai 1975.
- [17] HAMPEL W. - ROHR M. - BACH H. P.
Application of desk computers for control of fermentations.
First European congress on Biotech., 174, (1978).
- [18] HARRISSON DEF - BROW S. W. - OLIVER S. J. - RICHELATO.
Ethanol inhibition of yeast grow and fermentation : differences in the magnitude and complexity of the effect.
European Journal appl. Microbiol. Biotechnol. 1981, 11, 151,155 (1981)

- [19] HINSHELWOOD C. M.
In : "Chimical kinetics of the bacterial cell".
Ed. Oxford univ. Press, London (1946).
- [20] HOLZBERG I. - FINN. R. K. - STEINKRAUSS K. M.
A kinetic study of the alcoholic fermentation of grape juice.
Biotechnol. Bioeng., 9, 413-427, (1967).
- [21] HUMPHREY Arthur E.
Présent limitations to the control and understanding of a fermentation process.
Proceedings of the Labex symposium 1971, Earls court, LONDON.
- [22] IERUSALIMSKI N. D.
Influence de la concentration en alcool sur le micro-organisme (en russe)
Izvestaya AN., SSSR, Ser. Biol. 339.
- [23] IERUSALIMSKI N. D. - EGAMBERDIEV N. B.
Microbiologiya, 37, 686, 1970.
- [24] IERUSALIMSKI N. D. - EGAMBERDIEV N. B.
Continous cultivation of microorganisms.
Academic Press, New-York and London, 517, (1969).
- [25] La Recherche.
L'énergie de la biomasse.
772, volume 11, N° 113.
- [26] LESCOURET J. L.
Modelisation et conduite numérique optimale d'une unité pilote de fermentation.
Doctorat spécialité, L. A. A. S. - UPS, 19 avril 1974.
- [27] LIANG-TSENG FAN - CHEE-GEN WAN.
An application of the discrete maximum principle to a stagewise biochemical reactor system.
Biotech. Bioeng., V, 201-209, (1963).

- [28] LUEDEKING R. - PIRET E. L.
A kinetic study of the acid fermentation : Batch process
at controlled pH.
J. Biochem. Microbiol. Technol. Eng., 1, 393, 412 (1959).
- [29] LUKASIK A.
Identification de procédés de fermentation discontinue.
Thèse de 3e cycle, LAG, GRENOBLE (1974).
- [30] MOLETA R.
Contribution à l'optimisation des rendements en fermentation,
par l'utilisation du concept de maintenance.
Thèse de docteur ing. I. N. S. A. T. (1979).
- [31] MONOD J.
Recherche sur la croissance des cultures bactériennes.
Ed. Herman PARIS (1942).
- [32] MORENO M.
Contribution à l'étude des phénomènes d'inhibition en culture
discontinue et en gradostat.
Thèse de docteur ingénieur I. N. S. A. T. (1979).
- [33] NAGATANI M. - SHODA M. - AIBA S.
Kinetics of product inhibition in alcohol fermentation Part I
Batch experiments.
J. Ferm. Technol. (Japan) 46, 241, (1968).
- [34] OUDILLE J. P. - GREZES-RUEFF M.
Synthèse d'un moniteur temps réel sur M 6800.
Stage ESE, L. A. A. S. - UPS, 1976.
- [35] PIRT S. J.
Principles of microbe and cell' cultivation.
Blackwell Scientific Publications (1975).

- [36] POWELL M. J. D.
An efficient method of finding the minimum of a function of several variables without calculating derivatives.
Computer Journal Vol. 7, N° 2, P. 155, 1964.
- [37] QUEVEDO J.
Contribution à des études de modélisation, d'identification et de conduite numérique en fermentation continue.
3e cycle, Thèse, L. A. A. S. - UPS, 1976.
- [38] RAO S. S.
Optimization theory and application.
Wiley Eastern limited 1978.
- [39] RIBEREAU GAYON J et P. - PEYNAUD E. - SUCHAND P.
Sicences et techniques du vin, 2, 279.
- [40] RIBOT D. - SEVELY Y.
Conduite numérique et optimisation d'un pilote de fermentation continue.
AFCET, mai 1975.
- [41] RIBOT D.
Commande numérique et optimisation d'une unité pilote de fermentation continue.
Thèse doct. Ing. L. A. A. S. - UPS, 12 juillet 1976.
- [42] RICHALET J. - RAULT A. - POULIQUEN R.
Identification des processus par la methode du modèle.
Gordon et Breach Ed. 1971.
- [43] ROELS J. A. - KOSSEN N. W. F.
On the modelling of the microbial metabolism.
Progress Ind. Microbial, 14, 95-204, 1978.
Ed. MJ. BULL, ELSEVIER AMSTERDAM.

- [44] SEVELY Y.-POURCIEL J. B.
Application des microcalculateurs à l'étude et la commande des procédés de fermentation.
Colloque Microbio-Indus. et Biotech., TOULOUSE, 13 et 14 mai 1980.
- [45] SEVELY Y. - RIBOT D. - QUEVEDO J. - POURCIEL J. B.
Automatique informatique en fermentation continue.
Colloque, l'Informatique au service de l'industrie chimique.
PARIS 5 - 6 février 1976.
- [46] SEVELY Y.-BAUDON J. - QUEVEDO J.
Modélisation, Identification, Optimisation et conduite numérique d'une unité de fermentation continue.
3e Congrès national informatique et automatique, MADRID, Octobre 1975.
- [47] SKINNER F. A. - HUGO W. B.
Inhibition and inactivation of vegetative microbes.
Academic Press (1976).
- [48] SPRUYTENBURG R. - DUNN I. J. - BOURNE J. R.
Computer control of glucose feed to a continuous aerobic culture of *saccharomyces cerevisiae* using the respiratory quotient.
First European congress on Biotechnology, Interlaken 25- 29 sept. 1978.
- [49] WANG D. I. C. - COONEY C. - DEMAIN A. - DUNNIL M. - HUMPHREY A.
Fermentation and Enzyme technologie.
John Wiley Sons.
- [50] WERNER A. - HAMPEL.
Application of microcomputers in the study of microbial processes.
Advance in Biochemical Eng. N° 13.
- [51] YAROVENKO V. L. - NAKAHMANOVICH B. M.
Pure Appl. Chem., 36, 3, 397. (1973).

- [51] ZIMIS D. G. - ROBERT P. L.
A classical study of ethanol inhibition.
Biotechnol. Bioeng., 13, 293-303, (1971).
- [52] The first European conference on computer process control in
fermentation.
Publication des conférences.
I. N. R. A. LYON, 3 - 5 septembre 1973.
- [53] RICHARD P. A. N. - MOSS. J. F. - GANEZ M.
Biotechnol Bioeng. 13, 169, 1971.