



Modélisation et estimation de digesteurs anaérobies pour la dépollution de déchets et la production d'énergie

Younoussa Moussa Baldé

► To cite this version:

Younoussa Moussa Baldé. Modélisation et estimation de digesteurs anaérobies pour la dépollution de déchets et la production d'énergie. Biotechnologies. Université Paris-Saclay; Université Gamal Abdel Nasser (Conakry), 2022. Français. NNT : 2022UPAST183 . tel-03959222

HAL Id: tel-03959222

<https://theses.hal.science/tel-03959222v1>

Submitted on 27 Jan 2023

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.

Modélisation et estimation de digesteurs anaérobies pour la dépollution de déchets et la production d'énergie

*Modeling and estimation of anaerobic digesters for
waste treatment and energy production*

**Thèse de doctorat de l'Université Paris-Saclay et de l'Université
Gamal Abdel Nasser de Conakry**

École doctorale n° 580, Sciences et Technologies de l'Information et de
la Communication, STIC
Spécialité de doctorat : Automatique
Graduate School : Sciences de l'Ingénierie et des Systèmes, SIS
Réfèrent : Faculté des Sciences d'Orsay

Thèse préparée dans l'unité de recherche **Laboratoire des Signaux et
Systèmes, L2S** (Université Paris-Saclay, CNRS, CentraleSupélec), sous la
direction de **Sihem TEBBANI**, Professeur, L2S, CentraleSupélec, le co-
encadrement de **Sette DIOP**, Chargé de recherche, L2S, CNRS, la co-
direction de **Cellou KANTE**, Professeur, LEREA, IST-Mamou, Guinée.

Thèse soutenue à Paris-Saclay, le 15 décembre 2022, par

Younoussa Moussa BALDE

Composition du Jury

Jérôme HARMAND Directeur de recherche, LBE-INRAE, France	Président
Binko Mamady TOURE Professeur, Université de N'Zérékoré, Guinée	Rapporteur
Mariana TITICA Maître de conférence, GEPEA, Université de Nantes, France	Examinatrice
Idrissa DIABY Professeur, FST, LEREA, UGANC, Guinée	Examinateur

Dédicaces

C'est avec un énorme plaisir et une immense joie, que je dédie cette thèse :

A Madame **Sihem TEBBANI** et à Monsieur **Sette DIOP** pour m'avoir encadré et fait de leurs mieux afin de m'aider à venir à bout de cette thèse.

A ma feu chère mère, lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon cœur, ma vie et mon bonheur ;

A mon feu cher père, l'homme de ma vie, mon soutien moral, rien au monde ne vaut les efforts fournis pour mon éducation ;

A mon feu cher frère, qui a toujours été là pour moi.

Vous resterez gravé dans mon cœur, je ne vous oublierai jamais.

«Reposez-vous en Paix».

A ma chère femme et à mes deux enfants, leurs générosités et leurs soutiens m'obligent de leur témoigner mon profond respect et ma loyale considération.

Puisse Dieu vous protéger santé, prospérité et longue vie.

A tous ceux qui me sont chers et que j'ai oublié de citer.

Remerciements

Au terme de ce travail, je tiens à remercier Dieu le tout puissant qui m’a donné la santé et le courage d’accomplir ce travail.

J’exprime ma profonde reconnaissance à mes encadrateurs, à l’occurrence :

- Madame Sihem TEBBANI, Professeur, L2S, CentraleSupélec,
- Monsieur Sette DIOP, Chargé de recherche, CNRS, L2S, CentraleSupélec.

Pour leurs disponibilités, leurs patiences, leurs sympathies et pour leurs dévouements. Je leurs remercie aussi pour avoir accepté de diriger cette thèse. Je leurs expriment toute ma profonde gratitude pour leurs conseils, leurs soutiens et leurs aides scientifiques qui m’ont permis de mener à bien ce travail.

Mes remerciements à Monsieur Cellou KANTE, Professeur, LEREA, IST de Mamou d’avoir accepté de co-diriger cette thèse. Je le remercie de la confiance, du soutien et de l’entière liberté accordée dans l’élaboration de ce projet.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à Monsieur Jérôme Harmand, Directeur de recherche, LBE-INRAE, qui m’a fait l’honneur d’avoir accepté d’être rapporteur de ma thèse. Je lui remercie de m’avoir accueilli au sein du LBE-INRAE et de m’avoir fait découvrir tous les services du laboratoire.

Je tiens aussi à adresser mes plus sincères remerciements à Monsieur Binko Mamady TOURE, Professeur, Université de N’Zérékoré, d’avoir accepté de rapporter ce travail, ainsi que Madame Mariana TITICA, Maître de conférence, GEPEA, Université de Nantes, France, Monsieur Idrissa Diaby, Professeur, FST, LEREA, Université Gamal Abdel Nasser de Conakry, d’avoir bien voulu examiner ce travail. Qu’ils trouvent l’expression de ma profonde gratitude.

Je remercie le Gouvernement Français à travers le service de coopération et d’action culturelle (SCAC) de l’Ambassade de France en Guinée, qui m’a attribué la bourse ainsi que Campus France qui m’ont aidé pendant mes séjours en France.

Je remercie toutes les personnes du laboratoire de signaux et système (L2S) qui ont contribué à ce travail et pour l’accueil chaleureux qu’ils m’ont réservé durant cette thèse. Je remercie à tout le personnel du Laboratoire de Biotechnologie et de l’Environnement (LBE-INRAE), de l’Institut Supérieur de Technologie (IST) de Mamou, du Laboratoire de l’office nationale de contrôle de qualité (ONCQ) de Matoto et du projet Biogaz Guinée/FEM/PNUD, pour leurs assistances et leurs encouragements. Qu’ils trouvent l’expression de ma profonde gratitude.

Je souhaite remercier toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail. Je remercie plus particulièrement, ma femme Oumou Hawa SOW et mes deux enfants Thierno Mamoudou BALDE et Aïssata BALDE, pour leurs patiences.

Je rends un hommage à mes parents qui m’ont quitté durant cette thèse.

Que leurs âmes reposent en paix. AMEN !

Table des matières

Dédicaces	iii
Remerciements	iv
1 Contexte et problématiques	4
1.1 Défis du développement durable	6
1.2 Enjeu des énergies renouvelables	7
1.3 Digestion anaérobie en Guinée	8
1.4 Objectifs de la thèse	10
1.5 Problématiques et contributions scientifiques	11
1.5.1 Sur la caractérisation des substrats	11
1.5.2 Sur la modélisation des digesteurs	11
1.5.2.1 Modélisation ADM1	12
1.5.2.2 Modélisation simplifié	13
1.5.3 Estimation	13
1.6 Productions scientifiques de la thèse	14
2 Etude expérimentale de la production du biogaz	15
2.1 Introduction	15
2.2 Matériels	19
2.2.1 Description du digesteur expérimental	19
2.2.2 Description du digesteur pilote	20
2.2.3 Paramètres de suivi du digesteur	20
2.2.4 Caractérisation du substrat	21
2.3 Méthodes	22
2.3.1 Chargement du digesteur	22
2.3.2 Ensemencement	22
2.3.3 Masse volumique	22
2.3.4 Matière sèche	23
2.3.5 Matière organique	23
2.3.6 Matière minérale	23
2.3.7 Taux de carbone organique	24
2.3.8 Taux d'azote	24
2.3.9 Teneur en lipides	24
2.3.10 Teneur en protéines	25
2.3.11 Teneur en acides gras volatils	25
2.3.12 Demande chimique en oxygène totale	25
2.3.13 Taux de dilution	26
2.4 Résultats expérimentaux	27

2.4.1	Caractérisation physico-chimiques des substrats	27
2.4.2	Production de biogaz	28
2.4.2.1	Substrat de type bouse de vache	28
2.4.2.2	Substrats issus de différents déchets	29
2.4.3	Discussions des résultats	30
2.5	Conclusion	30
3	Modélisation du procédé par le modèle ADM1	32
3.1	Introduction	32
3.2	Modélisation ADM1 du procédé	34
3.2.1	Introduction	34
3.2.2	Modélisation du système	35
3.2.2.1	Préparation expérimentale	35
3.2.2.2	Modélisation mathématique	36
3.2.3	Calibrage du modèle	37
3.2.3.1	Débit d'entrée	37
3.2.3.2	Détermination des paramètres du modèle	37
3.2.4	Résultats expérimentaux	39
3.2.4.1	Caractérisation de l'influent	39
3.2.4.2	Simulation du modèle ADM1	42
3.2.5	Ajustement des paramètres du modèle	45
3.2.6	Validation du modèle	48
3.3	Nouvelle validation expérimentale	51
3.4	Conclusion	53
4	Modélisation simplifiée du procédé	54
4.1	Introduction	54
4.2	Choix des réactions et des variables	56
4.3	Modèle simplifié de la digestion anaérobie	57
4.3.1	Association des variables de l'ADM1	57
4.3.2	Modélisation de l'hydrolyse	58
4.3.3	Modélisation mathématique à une étape	58
4.3.4	Modélisation mathématique à deux étapes	60
4.4	Procédure d'identification	62
4.4.1	Modèle à une étape	62
4.4.1.1	Identification en régime permanent	62
4.4.2	Identification en régime transitoire	64
4.4.3	Modèle à deux étapes	64
4.5	Résultats de l'identification	65
4.5.1	Etape d'hydrolyse	65
4.5.2	Résultats du modèle à une étape	66
4.5.3	Résultats du modèle à deux étapes	67
4.6	Conclusion	68
5	Estimation	69
5.1	Motivation	69
5.2	Estimation du taux spécifique de croissance	71
5.2.1	Introduction [11]	71
5.2.2	Modèle du processus de digestion anaérobie	72
5.2.3	Résultats de l'estimation	76

5.3 Conclusion	77
6 Conclusion générale	79
6.1 Conclusion	79
6.2 Perspectives	81
A Etude expérimentale du digesteur expérimental	83
B Le modèle ADM1	92
B.1 Description du modèle de digestion anaérobie ADM1	92
B.1.1 Structure des processus biochimiques	93
B.1.2 Processus physico-chimiques	93
B.1.3 Taux d'inhibitions	96
B.2 Mise en équation du modèle ADM1	96
B.2.1 Variables d'états dynamiques	96
B.2.2 Equations dynamiques	97
B.3 Paramètres d'entrées du modèle ADM1	99
C Notions d'observabilité	100
C.1 Notion d'observabilité	100
C.2 Estimation	101
D Observateur asymptotique	102
D.1 Notion d'observateur asymptotique	102
E Données expérimentales	103
E.1 Productivité du biogaz	103

Table des figures

1.1	Carte de la République de Guinée	5
1.2	Schéma du concept de développement durable	7
1.3	Principe de la digestion anaérobie	10
2.1	Schéma du digesteur anaérobie étudié	16
2.2	Estimation de volume de biogaz produit pour 1kg de bouse de bache	18
2.3	Représentation du dispositif expérimental	19
2.4	Illustration du digesteur construit à l'IST-Mamou	20
2.5	Taux de dilution de l'expérience	27
2.6	Productions cumulées de biogaz des types de déchets	30
3.1	Représentation schématique de la digestion anaérobie. (1) Désinté- gration, (2) Hydrolyse, (3) Acidogénèse, (4) Acétogénèse et (5) Méthanogénèse.	36
3.2	Évolution du taux de dilution en fonction du temps	40
3.3	Variation de la température du biodigesteur en entrée	40
3.4	Variation de la concentration de X_c en entrée	41
3.5	Evolution du débit de gaz en fonction du temps	49
3.6	Évolution de la concentration d'AGV en fonction du temps	49
3.7	Évolution de la concentration de DCO en fonction du temps	50
3.8	Variation de la concentration du pH en fonction du temps	50
3.9	Profil du taux de dilution en fonction du temps	51
3.10	Productivité du biogaz en fonction du temps	51
3.11	Schéma de la concentration des AGV	52
3.12	Schéma de la concentration des DCO totale	52
3.13	Schéma de la variation du pH en fonction du temps	53
4.1	Concentration de (X_T) en kg/m^3	65
4.2	Modélisation des concentrations de X , S et du débit de biogaz (Q)	66
4.3	Taux spécifique de croissance μ non zoomé et zoomé.	67
4.4	Concentrations : substrat (S_1 et S_2), acidogène (X_1), méthanogène (X_2) et du débit de biogaz total ($CH_4 + CO_2$).	68
5.1	Processus d'estimation et de simulation du modèle simplifié	75
5.2	Evolution du taux spécifique de croissance en fonction du temps ($TRH = 45$ jours)	76
5.3	Comparaison entre les concentrations de X , S et du débit de biogaz (Q) ($TRH = 45$ jours)	77
B.1	Représentation schématique de la digestion anaérobie	93

B.2	Digester anaérobie du type CSTR	97
B.3	Processus biochimiques de la digestion anaérobie [15]	99
C.1	Schéma de principe d'un observateur	101

Liste des tableaux

1	Abréviations et acronymes	2
2	Abréviations et acronymes (suite)	3
2.1	Potentiel BMP pour des déchets d'animaux	17
2.2	Potentiel BMP pour des déchets verts	17
2.3	Taux de dilution	26
2.4	Caractérisation physico-chimique de la bouse de vache	27
2.5	Caractérisation physico-chimique de la fiente de poules	28
2.6	Caractérisation physico-chimique des eaux usées	28
2.7	Caractérisation physico-chimique de déchets municipaux	28
2.8	Evolutions des AGV et DCO dans le cas de la bouse de vache	29
3.1	Caracteristiques des paramètres en entrée	39
3.2	Valeurs du taux de dilution	39
3.3	Paramètres physico-chimiques en entrée	41
3.4	Valeurs des composants solubles (^a Estimé à partir de [130], ^b Estimé à partir de [94])	42
3.5	Valeurs initiales des dégradeurs (^a Estimé à partir de [94])	42
3.6	Paramètres stœchiométriques du modèle ADM1 [15]	43
3.7	Paramètres biochimiques du modèle ADM1[15]	44
3.8	Paramètres physicochimiques du modèle ADM1[15]	45
3.9	Composés dans la phase liquide et des concentrations ionisées du modèle ADM1	46
3.10	Composés dans la phase gazeuse du modèle ADM1	46
3.11	Exemple d'analyse sensibilité du modèle ADM1	47
3.12	Optimisation des paramètres du modèle ADM1	48
4.1	Correspondances entre les modèles : AM2, AM2HN et ADM1 [63] .	57
4.2	Identification des paramètres (sans modélisation de l'hydrolyse). . .	66
4.3	Identification des paramètres du modèle à deux étapes (sans modélisation de l'hydrolyse)	67
5.1	Valeurs des paramètres du modèle	76
B.1	Composés dans la phase liquide du modèle ADM1	96
B.2	Composés dans la phase gazeuse du modèle ADM1	96
B.3	Composés dans la phase gazeuse du modèle ADM1	97
E.1	Débit de biogaz dans le cas de la bouse de vache	103

Abréviations et acronymes

TABLE 1 – Abréviations et acronymes

Désignation	Sigles
Acides gras volatils	AGV
Aerobic sludge model	ASM
Analyse par composantes principales	ACP
Anaerobic digestion model n° .1	ADM1
Anaerobic Modeling n° .2	AM2
Association for the study of peak oil and gas	ASPOG
Azote	N
Benchmark simulation model n° .2	BSM2
Biochemical methane potential	BMP
Biomasse	X
Centre de recherche scientifique de conakry Rogbanè	CERESCOR
Centre national de la recherche scientifique	CNRS
Convention cadre des nations unies sur le changement climatique	CCNUCC
Carbone	C
Continuous stirred tank reactor	CSTR
Digestion anaérobie	DA
Débit de biogaz	Q
Demande chimique en oxygène	DCO
Dioxyde de carbone	CO ₂
Équations différentielles ordinaires	ODE
Equations différentielles algébriques	DAE
Ecological engineering and environment protection	EEEP
Energie renouvelable	ER
Evaluation des besoins en technologie	EBT
Fond pour l'environnement mondial	FEM
Fonction sensibilité relative	RSF
Flux dans l'influent	Q _{in}
Faculté des sciences et techniques	FST
Gaz à effet de serre	GES
Gigawatt	GW
Hydrogène sulfuré	H ₂ S
Hydrogène	H ₂
Institut Supérieur de Technologie de Mamou	ISTM
International energy agency	IEA
Industries agro-alimentaires	IAA

TABLE 2 – Abréviations et acronymes (suite)

Désignation	Sigles
International conference on system theory, control and computing	ICSTCC
International water association	IWA
Institut National de Recherche pour l’agriculture et l’environnement	INREA
Laboratoire des signaux et systèmes	L2S
Laboratoire d’enseignement et de recherche en énergétique appliquée	LEREA
Laboratoire de biotechnologie et de l’environnement	LBE
Matière sèche	MS
Matière organique	MO
Office nationale de contrôle et qualité	ONCQ
Programme des nations unies pour le développement	PNUD
Potentiel hydrogène	pH
Sciences et technologies de l’information et de la communication	STIC
Solide volatile total	SVT
Substrat	S
Sciences de l’ingénierie et des systèmes	SIS
Temps de rétention hydraulique	TRH
Taux spécifique de croissance des microorganismes	μ
Taux de dilution	D
Université Gamal Abdel Nasser de Conakry	UGANC
Volume du liquide	V_{Liq}

1 | Contexte et problématiques

Sommaire

1.1	Défis du développement durable	6
1.2	Enjeu des énergies renouvelables	7
1.3	Digestion anaérobie en Guinée	8
1.4	Objectifs de la thèse	10
1.5	Problématiques et contributions scientifiques	11
1.5.1	Sur la caractérisation des substrats	11
1.5.2	Sur la modélisation des digesteurs	11
1.5.3	Estimation	13
1.6	Productions scientifiques de la thèse	14

Depuis le sommet de Rio en 1992, le transfert de technologies est au centre de la lutte contre le changement climatique. Les questions liées aux technologies sont inscrites dans l'agenda 2021 et dans les articles 4.3, 4.5 et 4.7 de la convention cadre des nations unies sur le changement climatique (CCNUCC). Le projet évaluation des besoins en technologie (EBT) est une initiative de cette convention qui est pilotée par le programme des nations unies pour le développement (PNUD) en partenariat avec le fond pour l'environnement mondial (FEM). Cette initiative a pour objectif d'assister les pays en voie de développement participants dans l'identification et l'analyse des besoins technologiques en vue de dégager un portefeuille de projets et programmes devant aider à faire face aux effets des changements climatiques grâce au transfert et à l'accès aux technologies propres tant pour l'adaptation que pour l'atténuation. Les travaux de thèse présentés dans ce manuscrit s'intéressent spécifiquement au cas de la république de Guinée, située au nord-ouest de l'Afrique. Elle couvre une superficie de 245 857 km avec plus de 300 km de littoral atlantique. Quatre régions naturelles la composent : la Basse Guinée ou Guinée Maritime, la Moyenne Guinée, la Haute Guinée et la Guinée Forestière. Le pays est subdivisé en 8 régions administratives : Conakry, Kindia, Boké, Mamou, Labé, Faranah, Kankan et N'Zérékoré.

L'institut Supérieur de Technologie de Mamou constitue notre zone d'étude, il est situé à 275 km de Conakry (capitale de la république de Guinée), Mamou, chef-lieu de la région administrative est comprise entre les 9°54' et 11°10' de latitude nord et les 11°25' et 12°26' de longitude ouest avec une altitude moyenne de 700 m.

La région de Mamou est la charnière entre la Basse Guinée, la Moyenne Guinée et la Haute Guinée, couvrant une superficie de 8000 km² avec une population de 236 326 habitants soit une densité moyenne de 28 habitants au km². Son climat est de type Foutanien, caractérisé par l'alternance de deux saisons à durée égale : une saison sèche de novembre à avril et une saison pluvieuse de mai à octobre [34].

La carte de la république de Guinée est représentée [Figure 1.1](#).



Figure 1.1 – Carte de la République de Guinée

En république de Guinée, ce processus a commencé à travers la signature d'un mémorandum et un atelier de lancement a été organisé en juin 2019 à cet effet. Des secteurs sont sélectionnés sur la base d'une analyse concertée avec les parties prenantes et conformément aux engagements de la Guinée.

Le ministère de l'environnement et du développement durable assure la tutelle du projet à travers la direction nationale de pollutions, nuisances et changement climatique, à l'instar de nombreux pays d'Afrique subsaharienne.

La situation énergétique de la Guinée est caractérisée par la place très modeste des énergies renouvelables dans le bilan énergétique, et se traduit comme suit [34] :

- la très faible valorisation des ressources énergétiques locales autres que la biomasse à travers la combustion du bois ;
- l'énergie fossile essentiellement des produits pétroliers (18% de la consommation finale) entièrement importée et destinés aux besoins du transport, et dans une moindre envergure pour la production d'électricité ;
- une électrification encore largement embryonnaire permettant un accès extrêmement faible tant aux niveaux des populations, qu'aux industries.

L'infrastructure énergétique comprend principalement les capacités de stockage des produits pétroliers et celles de production (centrales thermiques et hydroélectriques), de transport et de distribution d'électricité.

Les principales contraintes du développement du secteur énergétique se résument comme suit : la faiblesse du niveau de consommation d'énergie par habitant et la prépondérance des énergies traditionnelles (bois et charbon de bois) dans la consommation d'énergie (78% des sources d'énergie contre 20% des hydrocarbures et 2% d'hydroélectrique).

On a une desserte en électricité insuffisante avec un potentiel hydroélectrique de 6,1GW exploité à moins de 10%. Le potentiel en énergies renouvelables est varié et dispersé à travers l'ensemble du territoire national de la république de Guinée

avec un faible taux de valorisation énergétique.

Les orientations majeures identifiées dans la politique nationale de l'énergie sont : **Sur le plan économique**, la réorientation de la stratégie énergétique de manière à rendre disponible l'énergie pour les principaux centres urbains du territoire (villes de plus de 50 000 habitants) et au niveau des sites les plus importants de production de biens et de services et l'implication du secteur privé dans la production de l'énergie décentralisée qui constitue un des secteurs important de développement énergétique surtout pour les zones non connectées au réseau national.

Sur le plan environnemental, la Guinée est signataire des principaux accords internationaux particulièrement ceux portant sur l'atténuation des impacts du changement climatique. Ceci implique la réalisation d'objectifs précis en matière de gestion des ressources, à des délais identifiés et des moyens appropriés.

Sur le plan institutionnel et réglementaire, on peut citer, la mise en place de mesures institutionnelles permettant d'assurer la cohérence entre le développement énergétique et celui des activités fortement liées à l'énergie, telles que celles du secteur minier ou des industries de transformation qui lui sont rattachées et la mise en place des cadres institutionnels et organisationnels des activités liées aux énergies renouvelables (ER), à la desserte énergétique rurale, au développement du biogaz notamment [34, 110, 16].

1.1 Défis du développement durable

Le monde a connu un accroissement démographique exceptionnel ; au rythme de croissance actuelle, les prévisionnistes de l'organisation des nations unies prédisent le doublement de la population mondiale en 2050. Cet essor démographique est accompagné d'un fort développement économique qui, faute d'une gestion réfléchie des ressources, a marqué durablement l'environnement.

Dans ce contexte, les effets des activités humaines sur l'environnement sont visibles à plusieurs niveaux ; épuisement des ressources naturelles, érosion de la biodiversité, augmentation de la pollution, réchauffement climatique. On comprend d'autant mieux cette tension que les pays développés, qui ont largement participé à l'épuisement et à la pollution des ressources naturelles, plaident désormais pour une gestion plus rationnelle, ce qui avec les modes de production actuels constituerait un frein à la croissance des pays émergents [63].

Malgré les chocs pétroliers successifs, les énergies fossiles (hydrocarbures et charbon) fournissaient encore 83% de l'énergie primaire à l'échelle mondiale en 2005, ce qui ne représente qu'une baisse de 3,6% par rapport à 1973, et 63,5 % de l'électricité est produite à partir des énergies fossiles [58].

La consommation d'énergie a très fortement augmenté (environ +70%) entre 1973 et 2005 et l'on prévoit une nouvelle augmentation de 60% de la demande énergétique avant les années 2030 [63].

Vu les politiques énergétiques actuellement mises en place, l'agence internationale de l'énergie (IEA, International Energy Agency) prévoit que les combustibles fossiles resteront la principale source énergétique, fournissant 81% de l'énergie pour l'horizon 2030. Les ressources en énergies fossiles sont pourtant loin d'être illimitées et depuis le premier choc pétrolier l'idée d'un épuisement des réserves mondiales d'hydrocarbures s'est ancrée dans les esprits (IEA, 2007) [76, 63].

Au rythme de la consommation d'énergie actuelle, l'association for the study of peak oil and gas, 2002 (ASPOG), a estimé que les ressources mondiales seront épuisées avant la fin du 21^e siècle. Une première réponse pour faire face à la pé-

nurie annoncée en énergies fossiles a été d'intensifier la recherche de nouveaux gisements (les énergies renouvelables) [1]. L'utilisation des énergies fossiles est responsable de l'augmentation des émissions de gaz à effet de serre (GES) tels que le dioxyde de carbone (CO_2) et les oxydes d'azote (NO_x) qui participent au réchauffement climatique. L'objectif du développement durable est de définir des modes de vie conciliant le progrès économique, la justice sociale et la préservation de l'environnement [63].

Le concept de développement durable est schématisé par la Figure 1.2.

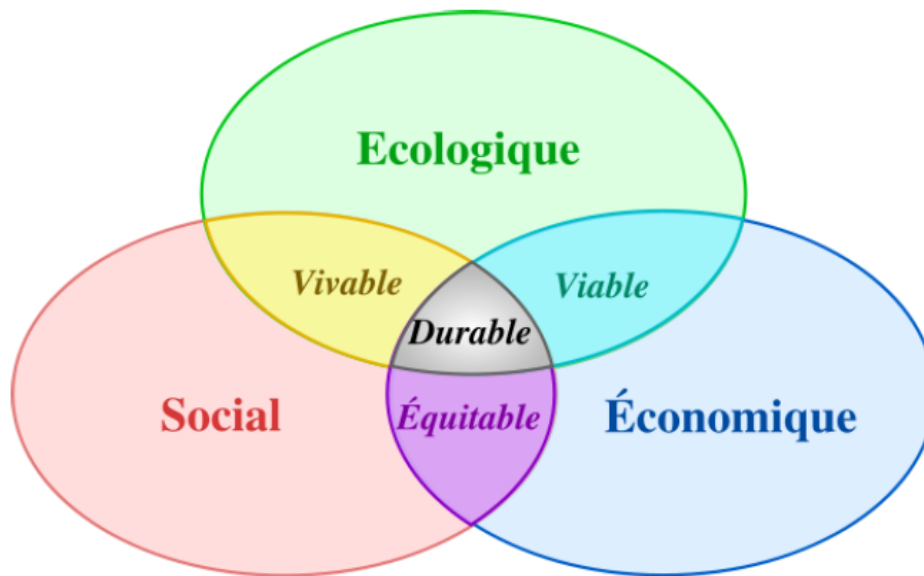


Figure 1.2 – Schéma du concept de développement durable

1.2 Enjeu des énergies renouvelables

Le terme énergie renouvelable (ER) désigne une source d'énergie dont le renouvellement est suffisamment rapide pour être inépuisable à l'échelle de temps humaine. Les avantages des énergies renouvelables sont multiples et variés ; d'une part elles contribuent à accroître l'autonomie énergétique et la sécurité des approvisionnements en énergie (fournissant des moyens de production locale), d'autre part elles ont un effet positif sur l'effet de serre puisqu'elles se substituent aux énergies fossiles et limitent l'augmentation des émissions des gaz à effet de serre (GES).

Le concept d'énergies renouvelables est à différencier de celui d'énergies propres qui ne prend en considération que les émissions de CO_2 et la quantité de déchets générés [87].

Les différents types d'énergies renouvelables sont les suivantes [63] :

- l'éolien,
- le photovoltaïque,
- le solaire thermique,
- l'hydraulique,
- la biomasse solide,
- la géothermie,
- l'énergie marine,
- les biocarburants et le biogaz.

La valorisation de la biomasse est l'une des voies les plus importantes pour lutter contre le réchauffement climatique. Les chercheurs estiment que la valorisation des déchets organiques et des effluents industriels permettrait une réduction de plus de 20% du réchauffement climatique [63].

Sous l'appellation de la biomasse une grande variété de matériaux est inclus :

- les déchets verts de l'agriculture et de la sylviculture,
- la fraction fermentescible des ordures ménagères brutes,
- les cultures énergétique agricoles, bois,
- les déjections animales (élevages),
- les rejets des industries agro-alimentaires (IAA), papeteries etc.

Un autre mode de valorisation de la biomasse repose sur la fermentation, dans un environnement dépourvu d'oxygène (digestion anaérobie), qui conduit à la formation d'un biogaz, composé majoritairement de méthane 40 à 80% et de dioxyde de carbone 20 à 35%.

Ce phénomène naturel, qui peut être observé dans les décharges d'ordures ménagères ou les marais, est appelé digestion anaérobie (DA) ou fermentation méthanogène (méthanisation). Il résulte de la capacité de certains micro-organismes à dégrader de la matière organique en l'absence d'oxygène.

Le biogaz produit peut alors se substituer au gaz naturel pour de nombreuses applications à savoir :

- la production de chaleur sous forme d'eau chaude ou de vapeur,
- la production d'air chaud pour le séchage,
- la production d'électricité par turbines ou moteurs à gaz,
- la production combinée d'électricité et de chaleur par cogénération,
- l'utilisation comme carburant automobile [63].

1.3 Digestion anaérobie en Guinée

La digestion anaérobie est un procédé de transformation de déchets organiques d'origine humaine, animale ou autres résidus organiques en biogaz. Cette transformation passe par un processus naturel de fermentation qui dégrade la matière organique en milieu anaérobie (sans oxygène). Le biogaz issu de cette fermentation est constitué en grande partie de méthane (CH_4) et de dioxyde de carbone (CO_2). Dans le contexte actuel de lutte contre le réchauffement climatique, le développement des énergies renouvelables représente un enjeu et une opportunité pour les populations. Le traitement des sous-produits agricoles par méthanisation fait l'objet d'un regain d'intérêt depuis quelques années grâce notamment à la production d'énergie et de l'engrais organique obtenu à la sortie du digesteur très riche en azote, phosphore et potassium.

En Guinée, les principales sources d'approvisionnement énergétique sont : la biomasse (80%, les produits pétroliers (18%) et les ressources hydriques (2%). La technologie de la biomasse à travers le bois forestier, satisfait la majorité des besoins énergétiques de la population, aussi bien en milieu rural qu'en milieu urbain, périurbain. Le biogaz semble très prometteur comme source d'énergie propre en république de Guinée, étant donné l'abondance des déjections animales, des déchets agricoles et d'autres formes de biomasse non forestière.

Ainsi, sur financement du fond pour l'environnement mondial (FEM) et avec l'accompagnement du programme des nations unies pour le développement (PNUD), il a été initié et mis en œuvre le projet biogaz, dont l'objectif est la création d'un marché viable de production et d'utilisation du biogaz, à travers l'installation de

2000 digesteurs domestiques de capacité variant entre 6 m³ pour les utilisateurs domestiques et de unités semi-industriels de capacité variant également entre 25 m³ à 150 m³ pour les plates-formes agro-industrielles [34, 16].

La technologie du biodigesteur est une technique adaptée aux populations en zones rurales dans un contexte d'insécurité alimentaire et de rareté des ressources énergétiques [34].

Selon le document d'évaluation du potentiel des ressources de biogaz en Guinée rédigé en 2016, au compte du projet biogaz, le potentiel de ressources de biogaz d'origine animale, est estimé à environ 10 476 254 m³/an effectivement mobilisables. Ce potentiel et la disponibilité de l'eau, font de la Guinée, un pays où la technologie du biogaz pourrait être disséminée sans contraintes majeures.

Ceci constitue pour le pays un tournant décisif dans la recherche de solutions durables aux questions de sécurité alimentaire, d'accès à l'énergie, d'adaptation aux changements climatiques et de lutte contre la pauvreté, quand on sait que le pourcentage des ménages utilisant le bois comme source d'énergie pour la cuisine représente 80% [34].

En Guinée, beaucoup d'initiatives ont été développées pour la promotion du biogaz. Le ministère de l'énergie et le centre de recherche scientifique de Conakry roghanè (CERESCOR) ont développé la technologie depuis les années 1980 où plus de 200 biodigesteurs ont été construits et expérimentés mais avec des résultats mitigés.

Après trois années et demi d'opération, le projet biogaz initié par le fond pour l'environnement mondial (FEM) a pu obtenir des résultats appréciables : 1 217 biodigesteurs construits sur les 2000 projetés (soit 60%) et 14 316 tonnes, Eq de CO₂ directement évitées, sur une cible de 19 000 tonnes, Eq de CO₂ (soit 75%) [34, 110]. Cette technologie permet de diversifier l'offre énergétique en mettant à la disposition des populations rurales et péri-urbaines de l'énergie propre pour la cuisson et l'éclairage d'une part et du compost pour améliorer la productivité agricole et bien d'autres avantages connexes liés à la santé, à la protection de l'environnement et le changement climatique, d'autre part.

En effet l'utilisation du biogaz pour la cuisson des aliments et l'éclairage permet de réduire l'impact négatif de l'utilisation du bois et des énergies fossiles comme combustibles. Le développement de la technologie du biodigesteurs favorise à travers l'utilisation des effluents (fertilisants organiques) la conservation et l'amélioration de la fertilité des sols d'où l'augmentation des productions agricoles.

Le projet biogaz a permis de réduire les émissions des gaz à effet de serre (GES) à hauteur de 19 000 tonnes de CO₂ (directes et indirectes en quatre ans). Soit en tenant compte de la durée de vie d'un biodigesteur, sur 20 ans, les 2 000 digesteurs installés devraient générer des bénéfices mondiaux directs de 161 100 tonnes de CO₂. Ce qui est une contribution non négligeable dans l'atténuation du changement climatique [34].

Les retombées et avantages de l'utilisation de digesteur en Guinée seraient :

Santé et qualité de la vie : la réduction des maladies oculaires et pulmonaires dues aux fumées, l'amélioration des conditions d'hygiène grâce à la connexion possible des toilettes aux biodigesteurs, la réduction du temps de collecte de la biomasse, la suppression des insectes dans les fosses de stockage des déchets, la suppression des odeurs après épuration du substrat.

Avantages économiques : la valorisation des déchets contribue à la réduction des coûts d'achats de l'engrais, l'amélioration des rendements de production, la promotion de l'autonomie énergétique et la diversification des sources énergétiques, la création d'emploi grâce au développement d'un secteur privé pour la construction et le service après-vente et enfin l'augmentation du temps d'étude des enfants la

nuît (éclairage).

Avantages agronomiques : la valorisation des déchets (bouse de vache et fiente de poules) et municipaux ou industriels (eaux usées d’huile de palme) en un produit fertilisant, plus facilement assimilable par les plantes, avec diminution des odeurs et des agents pathogènes.

Avantages écologiques : la production d’une énergie propre et renouvelable, la gestion durable des déchets organiques, la réduction de la déforestation et des émissions de gaz à effet de serre sont entre autres les avantages écologiques de cette étude [34].

Le concept de la digestion anaérobie est schématisé par la Figure 1.3.

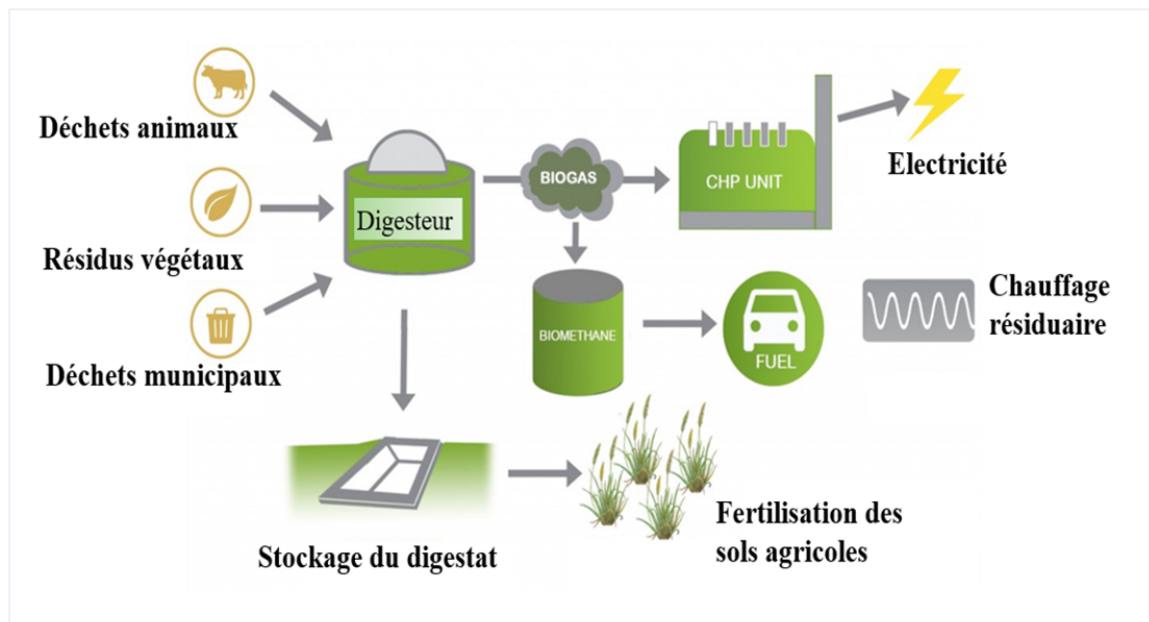


FIGURE 1.3 – Principe de la digestion anaérobie

1.4 Objectifs de la thèse

L’objectif de cette thèse est la valorisation des déchets d’animaux (bouse de vache, fiente de poule) et municipaux et industriels (eaux usées) :

- la caractérisation des paramètres physico-chimiques de divers types de déchets utilisés dans les digesteurs,
- l’utilisation le modèle ADM1 comme digesteur logiciel pour reproduire les données expérimentales du digesteur pilote,
- la mise en place un modèle réduit pour estimer le taux spécifique de croissance des microorganismes,
- la validation de modèles simples de commande pour ces digesteurs,
- le développement de méthodologies de monitoring des digesteurs sur la base de résultats de l’automatique non linéaire.

Bien que cette technologie soit prometteuse, son essor est limité par un véritable handicap devant son application potentielle. L’automatisation des systèmes de digestion anaérobie reste d’actualité en république de Guinée (aucun système automatique sur les sites). A notre connaissance, cette thèse est la première qui traite des questions d’automatisation des bioprocédés.

Ce travail de thèse devrait ainsi contribuer à l’augmentation de la maîtrise tech-

nique du fonctionnement et par suite l'amélioration du rendement des digesteurs simples, et peu instrumentés, utilisés actuellement en milieu rural.

1.5 Problématiques et contributions scientifiques

1.5.1 Sur la caractérisation des substrats

La caractérisation de la composition physico-chimique des substrats est une étape importante dans la modélisation, la surveillance et le contrôle des bioréacteurs.

En Guinée, malgré l'importance du potentiel hydroélectrique, l'approvisionnement en énergie thermique et électrique reste l'un des problèmes majeurs dans la plupart des zones rurales du pays, ce qui entraîne une consommation accrue de bois, une grave dégradation des forêts, l'érosion des sols et la dégradation du climat et de l'environnement. En revanche, les déchets organiques restent disponibles, et peuvent être transformés en une source de richesse dans les zones rurales reculées grâce à la digestion anaérobie. Le biogaz produit par ce processus naturel de digestion anaérobie peut être utilisé pour la production de chaleur et d'électricité pour les ménages. En outre, les déchets d'animaux, grâce à la matière organique qu'ils contiennent, sont un gage de fertilité des sols. Les animaux d'élevage libèrent 20 à 40% de l'azote et du phosphore et 70 à 90% du potassium ingérés dans les aliments. Pour les volailles, le rejet est d'environ 70% de l'azote [25, 62].

Les émissions gazeuses de ces effluents sont le méthane (CH_4), l'ammoniac (NH_3), le sulfure d'hydrogène (H_2S), le dioxyde de carbone (CO_2).

La valorisation du biogaz et des fertilisants agricoles contenus dans ces déchets d'animaux nécessite une caractérisation préalable de leurs paramètres physico-chimiques [83, 31].

C'est la motivation de la première partie du travail au laboratoire d'enseignement et de recherche en énergétique appliquée (LEREA). Après la caractérisation des échantillons, nous procédons à la production de méthane à partir des déchets. Nous fournissons une caractérisation expérimentale de substrats constitués de bouses de vache et de lisiers de poulet que l'on peut trouver dans la région de Mamou en Guinée. Des valeurs typiques de production de biogaz sont également fournies par notre étude, y compris la codigestion de bouses de vache et de lisiers de poulet. Cette étude de caractérisation du substrat et de détermination du potentiel en biométhane a été réalisée pour un digesteur à échelle de laboratoire, et dans le cas d'un digesteur pilote de 3 m³.

Le chapitre 2 présentera les travaux de caractérisation des substrats pour le digesteur pilote étudié. Il permettra également de présenter les matériels et méthodes utilisés pour les expérimentations menées durant ces travaux de thèse.

1.5.2 Sur la modélisation des digesteurs

Comme mentionné précédemment, la digestion anaérobie (DA) permet de transformer de la matière organique en énergie par des bactéries en l'absence d'oxygène [74]. La digestion anaérobie est réalisée dans des chambres confinées (appelées digesteurs) à l'intérieur desquelles les réactions de fermentation sont optimisées et contrôlées. Le biogaz est principalement composé de méthane, qui est produit en réduisant de moitié la teneur en matière organique de nombreux déchets ou sous-produits biodégradables.

Le résidu de la digestion anaérobie (ou digestat) est stable, inodore et pratique-

ment exempt de germes pathogènes [74]. Ce type de production d'énergie, largement utilisé et connu depuis longtemps, présente une solution prometteuse pour la production d'énergie renouvelable. Elle soulève cependant certains défis liés à l'exploitation de ce type de système complexe et incertain [32, 85]. En effet, la digestion anaérobie est un processus en plusieurs étapes dans lequel un consortium de microorganismes agit sur la matière organique composite pour produire du biogaz (CH_4 , CO_2 , H_2 et H_2S) [103].

La surveillance et le contrôle d'un procédé de digestion anaérobie dans des conditions de fonctionnement optimales est une tâche difficile en raison de la complexité du système et du manque de capteurs en ligne pour les variables biologiques et biochimiques. La modélisation mathématique du processus de digestion anaérobie est la première étape de son automatisation. Le modèle sera utilisé dans un deuxième temps pour développer des modèles de simulation afin de tester et d'évaluer les stratégies d'estimation et de contrôle [96, 84].

Dans ce contexte, des modèles de simulation de référence (BSM) ont été conçus pour développer, tester et évaluer les stratégies de contrôle et de surveillance des stations d'épuration locales et à l'échelle de l'usine, en utilisant des modèles dynamiques pour obtenir une bonne qualité d'effluent, à un faible coût opérationnel [114].

Dans cette thèse, deux types de modèles ont été déterminés pour le système étudié :

- un modèle anaerobic digestion model n° 1 (ADM1), pour simuler le comportement du procédé réel,
- un modèle simplifié pour les besoins de la conception de l'algorithme d'estimation.

Ces deux approches sont détaillées ci-après.

1.5.2.1 Modélisation ADM1

Plusieurs modèles ont été proposés dans la littérature pour modéliser le processus de digestion anaérobie [19, 15, 61]. Parmi les modèles présentés dans la littérature, le modèle de digestion anaérobie (ADM1) proposé dans [15] est probablement le plus utilisé. Le modèle ADM1, qui est devenu un benchmark, a été testé dans plusieurs applications telles que les boues d'épuration municipales, les déchets solides, les déchets agricoles, les déchets d'élevage et les résidus de culture. ADM1 est un modèle structuré qui intègre les processus physiques, chimiques et biologiques. Au total, 19 processus biochimiques sont inclus, par exemple la désintégration, l'hydrolyse, l'acidogénèse, l'acétogénèse et la méthanogénèse [15].

Dans cette étude, le modèle ADM1 est utilisé pour modéliser le système expérimental de digestion anaérobie des déchets de la bouse de vache. Plus précisément, la calibration et l'identification des paramètres du modèle ADM1 pour le digesteur expérimental étudié seront effectuées à partir de données expérimentales. La procédure proposée a été développée par analogie avec la respirométrie aérobie utilisée pour la détermination des fractions de demande chimique en oxygène (DCO) de l'influent pour les modèles de systèmes [46]. Cette procédure permet la détermination simultanée de certaines variables d'état d'entrée du modèle et de la cinétique d'hydrolyse correspondante [46]. Pour cela, le modèle sera identifié à partir de la mesure de la production de biogaz (CH_4 et CO_2), la concentration de la demande chimique en oxygène (DCO) et la concentration des acides gras volatils (acétate, propionate et valérate).

Les travaux de modélisation du procédé étudié à partir du modèle ADM1 sont détaillés dans le chapitre B.

1.5.2.2 Modélisation simplifié

Le modèle ADM1 est un modèle complexe, impliquant un grand nombre de variables et de paramètres, ce qui limite son utilisation pour le développement de capteurs logiciels et/ou des lois de commandes. Aussi, la réduction du modèle est apparue nécessaire dans le cadre de ces travaux, notamment pour l'automatisation du procédé. Cette réduction de modèle est couramment employée dans le cas de la digestion anaérobie [79] mais aussi de bioprocédés [66, 113], et de procédé en général. Non seulement elle permet de diminuer la complexité du modèle afin d'augmenter sa compréhension, mais aussi de diminuer le nombre de paramètres à identifier notamment dans le cas de quantité limitée de données expérimentales, ce qui est le cas de notre système.

Etant donné que le modèle est utilisé par la suite pour la conception de capteurs logiciels et/ou de loi de commande, la simplification du modèle permet de simplifier la conception de ces éléments d'automatisation du procédé, dans le but d'optimiser son fonctionnement.

Dans cette thèse, deux modèles simplifiés ont été élaborés. Le premier considère une biomasse et un substrat et est appelé modèle à une étape (*one stage model*). Il consiste à considérer un modèle très simplifié avec une seule biomasse et un seul substrat. Il résulte de l'hypothèse selon laquelle le biogaz est produit par un seul type d'espèce de microorganisme. Il présente l'avantage d'être simple pour les développements théoriques lors de la mise en place de capteurs logiciels (qui seront présentés au chapitre 5). Il est néanmoins trop simple et peu représentatif du procédé étant donné la nature du processus de digestion anaérobie. Aussi, un deuxième modèle simplifié a également été identifié. Il consiste à modéliser les étapes d'acidogénèse et de méthanogène. La détermination de ces deux modèles simplifiés, via le regroupement des variables et des réactions d'une part, et du choix de la procédure d'identification des paramètres de ces modèles d'autre part, seront détaillés au chapitre 4. Ils utiliseront les résultats issus du modèle ADM1, déterminé au chapitre précédent, pour la phase d'identification.

En d'autres termes, le modèle ADM1 remplacera le procédé réel, pour les besoins des développements théoriques et d'études en simulation. Cela se justifie par la durée importante des essais expérimentaux, avec une quantité limitée de données mesurées sur le procédé réel.

Le modèle à une étape sera le modèle de synthèse pour le développement de l'estimation du taux spécifique de croissance et des concentrations non mesurées.

1.5.3 Estimation

Le procédé de digestion anaérobie étudié est peu instrumenté. Malgré la détermination d'un modèle de son comportement, il est nécessaire de développer des capteurs logiciels pour son monitoring et son contrôle.

En effet, l'objectif final serait de pouvoir optimiser le procédé, et cela passe par son instrumentation. Aussi, une des principales problématiques et également un des principaux objectifs de cette thèse, est de développer des capteurs logiciels, pour remédier au manque de capteurs à technologies avancées. Cela pour une meilleure compatibilité avec le déploiement futur de ce type de biodigester dans les zones rurales, avec une réduction des coûts économiques associés.

En général, le problème d'estimation utilise un modèle mathématique. Dans le cas de bioprocédé, ce modèle implique le taux spécifique de croissance. Ce taux spécifique modélise la vitesse de croissance des bactéries et intervient dans la plupart

des modèles de bilan massique pour des bioréacteurs. Il n'existe pas de dispositifs permettant de le mesurer. On dispose en général de modèles empiriques pour le représenter ; par exemple modèle Monod, Haldane ou Contois ; selon le phénomène à modéliser (limitation, inhibition, ou compétition).

Le choix d'un modèle de taux spécifique de croissance des micro-organismes est généralement décrit et se fait sur la base de la connaissance des conditions opératoires [111]. Cependant, cela pourrait être une tâche difficile. En effet, il reste malgré tout incertain et complexe à déterminer. Aussi, les techniques d'estimation sont les moyens les plus fiables pour y parvenir [53].

La démarche que nous avons proposée a été d'utiliser le modèle à un étage et de la mesure de débit de biogaz (Q) pour pouvoir estimer les concentrations en biomasse et en substrat, et cela à travers le taux spécifique de croissance estimé en ligne.

L'estimation en ligne du taux spécifique de croissance des micro-organismes est complexe. Nous avons proposé une démarche d'estimation, simple à mettre en œuvre, qui s'appuie sur l'approche algébrique différentielle. L'approche algébrique différentielle des problèmes généraux d'observation est utilisée dans ces travaux de thèse pour étudier l'identification et l'observation de certains des modèles les plus utilisés de ces processus. Elle a été mise en œuvre pour le procédé étudié.

Le modèle dit à une étape (one stage) sera considéré dans cette étude de conception de cette estimation. Pour ce modèle à une étape, l'observabilité du taux de croissance est étudiée et l'estimation du taux spécifique de croissance développée, basée sur des techniques algébriques différentielles. Il sera ensuite testé et ses performances mises en évidence en simulation, sur la base de données expérimentales pour les conditions opérationnelles considérées.

Ces développements seront présentés au chapitre 5.

1.6 Productions scientifiques de la thèse

Ce travail de thèse a fait l'objet des publications suivantes :

- Y. M. Baldé, C. Kanté, S. Diop et S. Tebbani, *An experimental study for the characterization of biogas production from cow dung and droppings*, Ecological Engineering and Environment Protection, **1**(2019), 54–61, DOI : [10.32006/eeep.2019.1.5461](https://doi.org/10.32006/eeep.2019.1.5461).
- Y. M. Baldé, S. Diop, S. Tebbani et C. Kanté, *Modeling of a continuous anaerobic digestion of wastes*, 2020 24th International Conference on System Theory, Control and Computing (ICSTCC), New York : IEEE Press, pp. 596–601, DOI : [10.1109/ICSTCC50638.2020.9259735](https://doi.org/10.1109/ICSTCC50638.2020.9259735).
- Y. M. Baldé, S. Diop, S. Tebbani et C. Kanté, *Estimation of the specific growth rate for an anaerobic digestion process*, 2021 29th Mediterranean Conference on Control and Automation (MED), New York : IEEE Press, pp. 109–114, DOI : [10.1109/MED51440.2021.9480197](https://doi.org/10.1109/MED51440.2021.9480197).
- S. Diop, Y. M. Baldé, S. Tebbani, An ADM1 digester, *en cours de rédaction*.

2 | Etude expérimentale de la production du biogaz

Sommaire

2.1	Introduction	15
2.2	Matériels	19
2.2.1	Description du digesteur expérimental	19
2.2.2	Description du digesteur pilote	20
2.2.3	Paramètres de suivi du digesteur	20
2.2.4	Caractérisation du substrat	21
2.3	Méthodes	22
2.3.1	Chargement du digesteur	22
2.3.2	Ensemencement	22
2.3.3	Masse volumique	22
2.3.4	Matière sèche	23
2.3.5	Matière organique	23
2.3.6	Matière minérale	23
2.3.7	Taux de carbone organique	24
2.3.8	Taux d'azote	24
2.3.9	Teneur en lipides	24
2.3.10	Teneur en protéines	25
2.3.11	Teneur en acides gras volatils	25
2.3.12	Demande chimique en oxygène totale	25
2.3.13	Taux de dilution	26
2.4	Résultats expérimentaux	27
2.4.1	Caractérisation physico-chimiques des substrats	27
2.4.2	Production de biogaz	28
2.4.3	Discussions des résultats	30
2.5	Conclusion	30

2.1 Introduction

La méthanisation permet de transformer des matières organiques en énergie à travers la production d'un biogaz riche en méthane [55]. Elle permet ainsi d'agir sur notre environnement en étant un outil de dépollution et cela en éliminant les déchets. De plus, elle peut contribuer à la production d'une énergie verte qui peut remplacer les énergies fossiles [89, 106].

En république de Guinée, des travaux de recherche sur la production de biogaz ont débuté au début des années 1980 par la réalisation de digesteurs expérimentaux de type indien à la Faculté d'Agronomie de Foulayah à Kindia. Le but est de valoriser le potentiel énergétique des déchets, ce qui permettrait d'envisager dans les zones rurales non connectées aux réseaux électriques public et privé, l'implantation de digesteurs pour la production d'énergie électrique et thermique [115, 18].

Les matières ayant le meilleur potentiel sont les matières putrescibles, comme les ordures ménagères, les résidus de procédés agroalimentaires, l'herbe, les déchets d'animaux et les déchets municipaux ou industriels. L'état de l'art est très riche en études traitant de la caractérisation du potentiel de biométhane (BMP) également appelé (*Biochemical Methane Potential*).

La détermination de ce potentiel nécessite la caractérisation du substrat, et implique des protocoles expérimentaux généralement effectués en mode batch [6, 91], ou en caractérisant également la cinétique de dégradation [78, 107].

Dans ce chapitre, nous présentons l'étude que nous avons réalisée pour la caractérisation des déchets d'animaux (bouse de vache et fiente de poule), municipaux (eaux usées) ainsi que les potentiels de méthane associés, et cela pour deux biodigesteurs :

- Digesteur expérimental à échelle de laboratoire (volume de 4 litres),
- Digesteur pilote de type continu de 3 m³.

La représentation schématique du digesteur anaérobie étudié est illustrée sur la Figure 2.1.

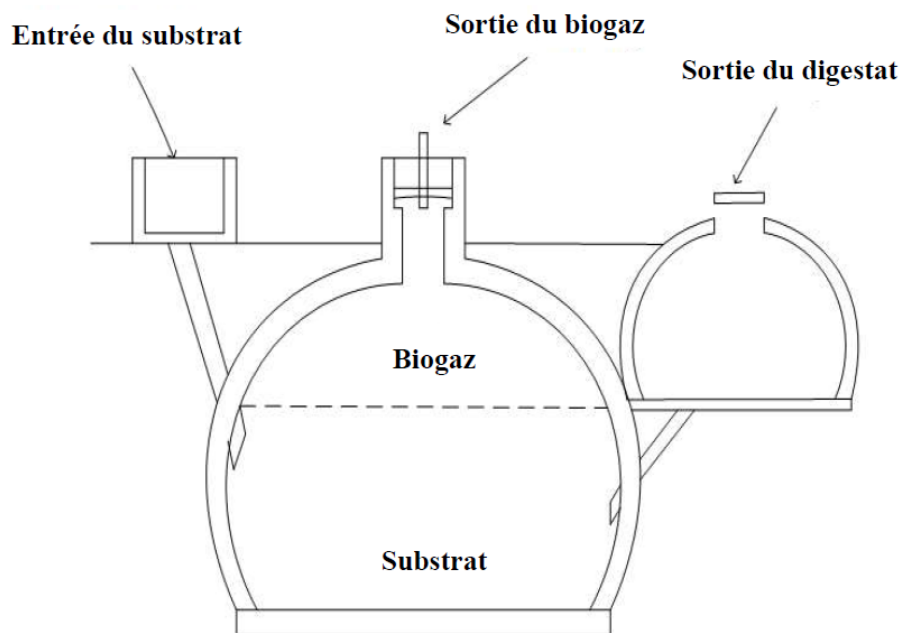


FIGURE 2.1 – Schéma du digesteur anaérobie étudié

L'ensemble des expériences ont été effectuées à l'Institut Supérieur de Technologie (IST) de Mamou, au Laboratoire d'enseignement et de recherche en énergétique appliquée (LEREA), Université Gamal Abdel Nasser de Conakry, au Laboratoire de l'office nationale de contrôle qualité (ONCQ) de Matoto, enfin la modélisation, et l'estimation du système de digestion anaérobie a été effectué au Laboratoire des Signaux et Systèmes (L2S).

Le LEREA est un centre de recherche fondamentale et appliquée spécialisé dans le domaine de la dépollution. Il s'articule autour de trois équipes qui sont : la bio-conversion, le climat et le transfert thermique. D'importants moyens matériels et

humains sont mis à disposition des équipes de recherche. En particulier l'IST de Mamou dispose d'un digesteur de type continu, des appareils de mesure de laboratoires auxquels viennent s'ajouter les fermenteurs de type discontinu développés au sein de l'équipe de recherche bioconversion permettant de faire différents tests de Potentiel biométhane (BMP) des déchets (bouse de vache, fiente de poules, eaux usées). Il est à rappeler que chaque type de matières premières produit du biogaz à des degrés différents, et la co-digestion permet également d'améliorer les performances de dégradation de substrat et donc de production de biogaz.

En effet, les microorganismes qui se développent sont de nature diverse : bactéries, phytoplancton, champignons, levures. La dégradation du substrat par ces microorganismes et la production du biogaz, dépend grandement du type de microorganismes, de la nature des substrats, et des conditions opératoires (pH, température, agitation). Ainsi, il est important de caractériser le substrat et son potentiel de biométhane, dans l'objectif d'optimiser le procédé.

Le substrat est déterminé à travers un apport d'éléments nutritifs (rapport C/N), une caractérisation physique (facilement fermentescible) et une absence d'éléments toxiques. Il n'y a pas de substrat spécifique pour la production de méthane. Les lipides, les glucides et les protéines peuvent servir comme matière première pour l'alimentation d'un digesteur. Des estimations de valeurs de potentiel de production de biogaz de différents types de déchets peuvent être obtenues à partir de la littérature. Des valeurs typiques sont données dans les tableaux 2.1 et 2.2 [89], dans le cas de déchets d'animaux et de déchets de plantes respectivement.

Ces tableaux fournissent également la masse volumique (ρ) du substrat.

TABLE 2.1 – Potentiel BMP pour des déchets d'animaux

Matière fraîche	BMP	ρ
	L/kg	kg/m ³
Lisier bovin	230	1000
Fumier de bovin frais	250	800
Lisier porcin	355	1000
Lisier de poule	300	560
Fiente de poule diluée	350	330
Déchets ménagers organiques	400	300
Station d'épuration	700	300

TABLE 2.2 – Potentiel BMP pour des déchets verts

Matière fraîche	BMP	ρ
	L/kg	kg/m ³
Paille de riz	300	160
Tige de maïs	295	71
Graine de coton	357	448
Fanes d'arachides	298	80
Algues	320	250

Le temps de rétention hydraulique (TRH en j⁻¹, j : jour), est une donnée importante dans l'étude d'un biodigesteur. Il est fréquemment retrouvé dans différents

exemples de la littérature [29, 54, 4]. Il donne une indication du temps de séjour moyen de l'effluent dans le digesteur [89]. Il est défini comme étant le rapport entre le volume utile du réacteur et le débit journalier d'influent (m^3j^{-1}). Ce paramètre car il permet non seulement de caractériser la biodigestion, mais également de prédéterminer la production en biogaz. La détermination du débit en biogaz peut être obtenue via des modèles disponibles dans la littérature.

On peut citer :

- Modèle de Hashimoto [80], qui permet d'exprimer le débit de biogaz produit en fonction du temps de rétention hydraulique, de la masse volumique du substrat, du BMP et de la charge initiale en matière organique.
- Modèle reliant le débit de biogaz au taux de réaction de la phase méthano-génèse [19, 15].

La production de biogaz dépend également de paramètres opératoires tels que la température et le potentiel hydrogène (pH). Néanmoins, des données sont disponibles dans la littérature comme indiqué précédemment, fonction également des conditions opératoires, fournissant des informations très utiles pour l'opération d'un digesteur. A titre d'exemple, l'abaque de la Figure 2.2 [101], permet de prédéterminer la production de biogaz pour la bouse de vache. Nous constatons qu'avec un temps de rétention hydraulique de 60 jours, une température de 25°C et 1 kg de bouse de vache, la production en biogaz serait de l'ordre de 33 litres. Ces résultats seront utilisés par la suite de cette étude pour évaluer les performances de notre digesteur pilote.

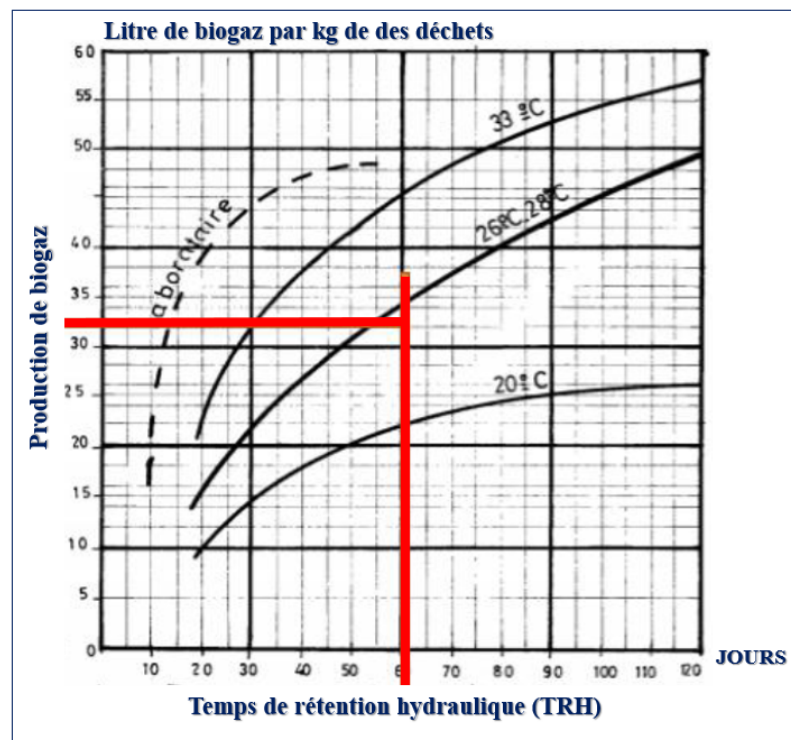


FIGURE 2.2 – Estimation de volume de biogaz produit pour 1kg de bouse de bache

Le chapitre 2 a pour objectif de présenter l'étude expérimentale de la production du biogaz en faisant la caractérisation des paramètres physicochimiques des déchets utilisés et la détermination des potentiels biométhanés (BMP) associés aux procédés étudiés. Ce chapitre permet également de présenter le dispositif expérimental développé et les protocoles mis au point pour cette étude. Nous présenterons les

matériels et méthodes utilisés pour les expériences réalisées pour la caractérisation du substrat et l'évaluation du potentiel biométhane. Différents types de substrats ont été étudiés : bouse de vache, fiente de poules, eaux usées ainsi que la codigestion entre la bouse de vache et la fiente de poules. Deux biodigesteurs seront étudiés (digesteur à échelle de laboratoire et digesteur pilote). Les résultats obtenus seront présentés et discutés dans le cas du digesteur pilote. Pour le cas du digesteur à échelle de laboratoire, les résultats sont donnés dans l'annexe A[10].

2.2 Matériels

2.2.1 Description du digesteur expérimental

Des bouteilles de volume 4 litres ont été utilisées pour servir de digesteur et de gazomètre et nous avons utilisé une autre bouteille de récupération. Pour la confection de ce dispositif, quelques matériels d'appui ont été nécessaires, dont entre autre :

- des valves, des tuyaux flexibles de diamètres 8 mm, des écrous, des colliers réglables, de la colle liquide, de la colle scotch etc.
- le digesteur (1) est percé d'un trou par lequel est introduite une valve à travers laquelle passe un tuyau de 8 mm servant de sortie de biogaz.
- le gazomètre (2) est percé de deux trous de même diamètre sur le couvercle où nous avons mis deux valves, la première liée au tuyau de sortie du biogaz venant du digesteur, la seconde valve est reliée par un tuyau flexible maintenu au fond du gazomètre relié à son tour à une bouteille de récupération (3), via les tuyaux flexibles.

La quantité de biogaz est recueillie tous les jours et calculée selon la loi des gaz parfaits. Pendant les mesures, le volume de biogaz accumulé est éliminé comme avec les méthodes volumétriques classiques. Cependant, pour les mesures du BMP, on mesure à la fois la perte de masse et le volume de biogaz. Pour chaque bouteille, les étapes suivantes sont réalisées lors de chaque opération d'échantillonnage [68]. Le processus de production du biogaz à partir des tests trois bouteilles est illustré sur la Figure 2.3.

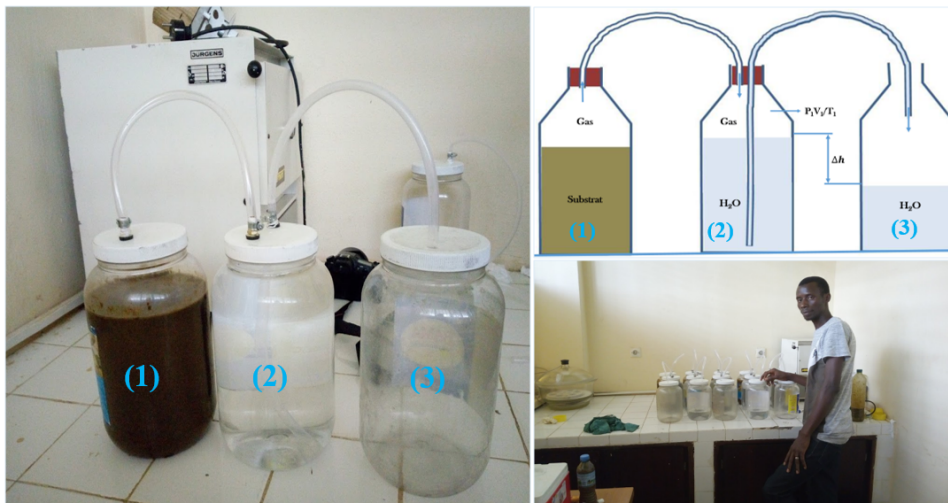


Figure 2.3 – Représentation du dispositif expérimental

2.2.2 Description du digesteur pilote

Après la détermination des paramètres physico-chimiques et les tests de potentiel biométhane, nous avons procédé à l'expérimentation du digesteur pilote de type continu de volume 3 m^3 construit à l'Institut Supérieur de Technologie de Mamou. Pour le chargement du digesteur, nous avons utilisé une balance pour mesurer la quantité nécessaire de déchet, une bassine de volume 60 litres pour le malaxage afin d'assurer l'homogénéité du substrat. Une sonde à pH pour la mesure du potentiel hydrogène a également été utilisée. La digestion anaérobie se déroule en général pour des pH compris entre 6 et 8 optimum.

Si le pH du milieu est acide, ceci entraîne un arrêt de la fermentation, par ailleurs si le pH du milieu est basique, ceci entraîne une production des éléments sulfato-réducteurs, inhibiteurs (H_2S , H_2 , N_2).

En tenant compte des résultats du dimensionnement de notre digesteur, le chargement a été choisi au quotient de 20 à 40 kg de substrat et une quantité d'eau de 20 à 40 litres et nous avons fixé un taux d'humidité de 90 % pour accélérer la productivité du biogaz. Le flux d'influent utilisé est de $0,6 \text{ m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$ en moyenne soit un taux de dilution $0,2 \text{ j}^{-1}$ en moyenne.

Le digesteur utilisé pour la réalisation de cette étude est illustré par la Figure 2.4.



Figure 2.4 – Illustration du digesteur construit à l'IST-Mamou

2.2.3 Paramètres de suivi du digesteur

Pour le bon fonctionnement du digesteur pilote, les paramètres de suivi suivants ont été pris en compte :

la variation de la productivité du biogaz, cette étape consiste à mesurer la quantité de biogaz produit par jour jusqu'à l'établissement de la production du biogaz qui correspondra au temps de rétention hydraulique. Le volume de biogaz produit est mesuré par un compteur de biogaz Itron/G4 GALLUS.

la variation de la température, il s'agit de suivre la variation de celle-ci tous les jours. A noter que, la méthanisation est menée en conditions mésophiles 27°C . Pour un fonctionnement optimal, la température doit être autour de 35°C .

la variation du taux d'humidité, comme toute activité biologique, la présence

d'eau est indispensable. L'humidité relative est de 60 à 90 %. Dans tous les cas l'humidité des déchets doit être suffisante pour que l'hydrolyse, première étape de la méthanisation, puisse se dérouler normalement.

le potentiel hydrogène (pH), est mesuré en continu au moyen d'un pH-mètre à sonde (pH 296, WTW).

2.2.4 Caractérisation du substrat

La caractérisation des paramètres physico-chimiques des déchets a été effectuée au Laboratoire de microbiologie de l'office national de contrôle (ONCQ) en Guinée. Les équipements utilisés pour la caractérisation des paramètres physico-chimiques sont composés :

- d'un four,
- d'un incinérateur W10/10A-HERAUS de 800 W,
- d'une balance de marque DIAL-O-GRAM, de capacité 2610 g et une précision 0,01 g,
- d'un verre,
- d'un agitateur,
- d'une pince,
- de deux éprouvettes graduées,
- un creuset, etc.

Pour l'analyse du biogaz les éléments suivants sont nécessaires :

- un échantillon de biogaz (au moins 5 litres par test),
- une bouteille de verre de 500 ml,
- Un bouchon à vis bien serré, sans étiquette ni colle,
- une bouteille propre de 1 litre avec bouchon à vis.

Pour la préparation de la solution de soude (NaOH) :

- un échantillon de 50 g de soude caustique (suffisant pour 6 tests minimum, vérifier la pureté et augmenter la concentration si nécessaire),
- un thermomètre à contact intérieur et extérieur ; un tuyau flexible qui peut être raccordé à l'appareil biogaz, et qui peut être adapté à la bouteille de 500 ml de solution,
- un litre d'eau propre pour la solution de soude ; un seau rempli d'eau propre de 15 litres minimum ; un chiffon en coton pour le nettoyage,
- un pH-mètre électronique de précision comprise entre 0 et 14,
- des gants et des lunettes de protection.

Ces équipements nous ont permis de mesurer les paramètres suivants [10] :

- masse volumique,
- humidité,
- matière sèche,
- matière organique,
- taux de carbone,
- taux d'azote,
- demande chimique en oxygène (DCO),
- acides gras volatiles (AGV).

Les différents types de substrats utilisés dans cette caractérisation des déchets sont :

- bouse de vache,
- fiente de poule,
- eaux usées (déchets municipaux et déchets industriels).

2.3 Méthodes

2.3.1 Chargement du digesteur

Avant d'introduire les substrats agités dans le digesteur, un temps de pause est indispensable afin que les matières solides comme les cailloux se décantent. En même temps, on agite les substrats contenus dans le bassin d'alimentation. Le chargement se fait à ce niveau en coulant petit à petit les substrats vers le digesteur. Normalement, le volume présent dans le digesteur reste constant puisque le volume introduit est égal à celui évacué par le canal de rejet vers le bassin de sortie.

2.3.2 Ensemencement

La présence des bactéries méthanogènes dans la déjection animale peut faire démarrer un digesteur sans l'aide d'ensemencement, on peut gagner du temps si on ensemence du substrat en pleine fermentation à raison de 15 à 20 % de la matière à fermenter.

Pour cela, on peut utiliser du fumier, l'inoculum d'une précédente fermentation ou tout simplement de la bouse de vache mélangée avec de l'eau dans un digesteur et qu'on laisse fermenter pendant quelque temps.

La méthodologie utilisée pour la caractérisation des paramètres physico-chimiques des déchets sont les suivants :

- peser un creuset en porcelaine vide et sec (P_0) [89],
- ajouter une quantité de substrat dans le creuset (P_{sec}),
- ne pas mettre trop d'échantillon pour le séchage à 105 °C,
- placer le creuset au four à 105 °C. Le temps de séchage dépend de l'échantillon, généralement de 24 heures.

Après 24 heures de séchage,

- retirer le creuset du four à l'aide d'une pince inox et le laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à ce qu'il soit à température ambiante,
- puis le peser (P_{sec}).
- calciner le résidu en plaçant le creuset avec une pince inox dans une étuve à 550 °C, généralement pendant 2 à 3 heures.

Après la calcination (P_{SI}),

- retirer le creuset du four avec une pince inox et le laisser refroidir en le transférant dans un four à 105 °C pendant environ 20 minutes pour limiter les chocs thermiques,
- puis dans un dessiccateur jusqu'à ce qu'il soit à température ambiante [10].

2.3.3 Masse volumique

Un récipient en verre d'un litre de volume est rempli de déchets organiques sans tassement et pesé.

La masse volumique ρ (en kg/m³) est calculée selon la relation 2.1 :

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (2.1)$$

Où :

- m : la masse,
- V : le volume.

2.3.4 Matière sèche

La teneur en matière sèche (MS) est déterminée par différence de pesée après déshydratation totale à 105 °C dans le cas de la bouse de vache, la fiente de poule et les eaux usées d'huile de palme en 24 heures. L'application d'une température plus basse lors de l'étape de déshydratation correspondante au protocole de mesure du taux de matière sèche (MS) généralement appliqué aux déchets organiques est nécessaire.

La relation 2.2, permet ensuite de déterminer la teneur en matière sèche :

$$MS = \frac{P_{\text{sec}} - P_0}{P_d} \times 100 \quad (2.2)$$

Où :

MS : matières sèches (en g/l) ;

P_{sec} : poids de déchets après passage à 105 °C (en g) ;

P_d : poids des déchets humide ajoutée initialement dans la coupelle (en g) ;

P_0 : poids de la coupelle vide (en g).

2.3.5 Matière organique

La méthode considérée pour la détermination du taux de matière organique, consiste :

- un pesage de 20 g de chaque substrat qu'on met dans l'étuve pendant 24 heures à 105 °C ;
- puis on procède à la calcination de 3 g des échantillons préalablement séchés à 600 °C pendant au moins 6 heures dans un four à moufle, et on détermine le résidu sec.

La teneur en matière organique (MO) ou solide volatile total (SVT), est obtenue par différence de pesée entre la masse de déchet sec (P_{sec}), et la masse de déchet calciné (P_{SI}) à 550 °C, jusqu'à un poids constant pendant plus de 6 heures [9, 7]. La matière organique est déterminée par la relation 2.3 :

$$MO = \frac{P_{\text{sec}} - P_{\text{SI}}}{P_{\text{sec}}} \times 100 \quad (2.3)$$

Où :

MO : Matières organiques (en g/l) ;

P_{sec} : poids des déchets après passage à 105 °C (en g) ;

P_{SI} : poids des déchets après gazéification à 600 °C ;

P_d : poids des déchets humides ajoutée initialement dans la coupelle (en g).

2.3.6 Matière minérale

Après 6 heures dans l'incinérateur, on obtient un résidu inorganique. Cette masse de déchet calciné à 105 °C, où P_{SI} est la matière minérale [9, 7].

La mesure du poids de la fraction des cendres résiduelles par la perte sous la chaleur a permis de déterminer le pourcentage de la fraction minérale dans le déchet.

Le taux de matière minérale est déterminé avec l'expression 2.4 :

$$MM = \frac{P_{\text{SI}}}{P_{\text{sec}}} \times 100 \quad (2.4)$$

Où :

MM : matière minérale (en g/l) ;

P_{sec} : poids des déchets après passage à 105 °C (en g) ;

P_{SI} : poids des déchets après gazéification à 600 °C.

2.3.7 Taux de carbone organique

La teneur en carbone organique de l'échantillon a été déterminée en fonction de la teneur en matière organique selon la norme (NF44-161). Le carbone organique dans les déchets peut être estimé à partir de la formule [5] :

$$\text{MO} = \frac{\text{MO}}{1,725} \times 100 \quad (2.5)$$

2.3.8 Taux d'azote

La technique utilisée est la méthode Kjeldahl [2, 23]. Cette méthode est effectuée en trois étapes :

Digestion ou minéralisation de l'échantillon, l'azote protéique des déchets organiques est transformé en azote ammoniacal par oxydation de la matière organique dans l'acide sulfurique concentré à haute température en présence d'un catalyseur et d'un sel : l'acide sulfurique concentré a pour but d'oxyder la matière organique et de transformer l'azote protéique en ammoniac NH_3 .

Il sert également à piéger l'ammoniac gazeux sous la forme de sulfate d'ammonium, par action de la base avec l'acide. L'addition du sel K_2SO_4 a pour but d'élever le point d'ébullition de la solution pour accélérer la réaction de minéralisation de la matière organique. Le catalyseur utilisé est $\text{Cu}(\text{CuSO}_4)$.

Distillation de l'ammoniac, avant de distiller l'ammoniac à la vapeur d'eau, on doit libérer l'ammoniac sous la forme du sel $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ par l'addition d'une solution concentrée de NaOH en excès :

- l'ammoniac est ensuite distillé par la vapeur d'eau et piégé dans une solution d'acide borique,
- l'ammoniac réagit avec l'acide borique pour former des sels borates d'ammonium.

Titrage de l'ammoniac, l'ammoniac sous la forme de borates d'ammonium est titré directement à l'aide d'une solution standardisée d'acide chlorhydrique et d'un indicateur coloré. On fait un blanc en mettant tous les réactifs sauf l'échantillon pour soustraire l'ammoniac contenu dans les réactifs de l'ammoniac contenu dans l'échantillon.

La détermination de l'azote total est conforme à la formule 2.6 :

$$\text{N} = \frac{0,0014 \times 0,1(V_2 - V_1)}{\text{PE}} \times 10 \quad (2.6)$$

Où PE, la masse de prise d'essai en gramme ; V_2 , le volume d'acide chlorhydrique (HCl) à partir duquel l'indicateur vire du vert au rose ; V_1 , volume d'acide chlorhydrique (HCl) utilisé pour le dosage blanc ; la valeur 0,1 est le titre de la solution d'acide chlorhydrique et 0,014 est le poids molaire de l'azote 10^{-3} .

2.3.9 Teneur en lipides

La méthode utilisée est basée sur une extraction continue, opérée dans un extracteur Soxhlet sur des échantillons secs du déchet organique [65]. Cette technique prend 6 heures d'extraction et expose les lipides extraits à de hautes températures.

Le solvant d'extraction utilisé est l'hexane.

La teneur en lipide est déterminée par la relation 2.7 :

$$\text{Lipides} = \frac{M_1 \times 100}{M_2} \quad (2.7)$$

Où M_1 , est la masse finale du ballonnet après Soxhlet moins la masse initiale du ballonnet avant Soxhlet (lipides) et M_2 , est la masse sèche des déchets (échantillon).

2.3.10 Teneur en protéines

Les teneurs en protéines totales des déchets organiques sont calculées en multipliant l'azote total (N) par un facteur de 6,25 en se basant sur l'hypothèse que les protéines contenaient 16 % d'azote et que la matière azotée totale provient exclusivement de protéines [119].

On obtient la teneur en protéines selon l'expression 2.8 :

$$\text{Protéines} = N \times 6,25 \quad (2.8)$$

2.3.11 Teneur en acides gras volatils

L'accumulation d'acides gras volatils, AGV, indique un dysfonctionnement de la digestion anaérobie. La teneur en AGV est un paramètre qui est important de surveiller, cette teneur ne doit pas excéder 500 mg de AGV par litre.

La concentration en AGV est déterminée à l'aide de kits mettant en jeu des réactions colorimétriques (LCK 365 Hach Lange, 50 à 2500 mg de $\text{CH}_3\text{COOH}/\text{l}$).

L'échantillon de déchets d'animaux (bouse de vache et fiente de poules) et municipaux ou industriels (eaux usées) sont filtrés à 0,45 micromètre puis grâce à l'addition des réactifs du kit, des complexes de couleur rouge sont formés.

La teneur en complexes rouges est déterminée par spectrophotométrie ce qui permet de connaître la teneur en acide gras volatil (AGV) de l'échantillon par rapport à une droite d'étalonnage [17].

2.3.12 Demande chimique en oxygène totale

La demande chimique en oxygène totale est une mesure indirecte de la teneur en matière organique. Elle est déterminée à l'aide de kits (LCK 514 Hach Lange 100 à 2000 mgDCO par litre). Les déchets servant à l'alimentation sont dilués au 50^{ème} et au 100^{ème}, le digestat est dilué au 20^{ème} et 40^{ème}. Après dilution, le déchet ou le digestat est mixé dans un mixer (Laboratory Blender, Waring Commercial) afin d'homogénéiser au mieux le mélange.

Deux dilutions sont nécessaires afin de prendre en compte l'hétérogénéité de la boue et du digestat. Après la dilution 2 ml de l'échantillon sont ajoutés au kit dans lequel la matière oxydable réagit en conditions acides et à température élevée (170 °C pendant 15 min) avec une quantité connue de bichromate de potassium sulfurique (oxydant puissant) en présence de sulfate d'argent. Le chlorure est masqué avec du sulfate de mercure.

La coloration verte du Cr^{+3} est déterminée par la méthode spectrophotométrique et donne accès à la concentration en DCO_t de l'échantillon en référence à une gamme étalon [77].

La demande chimique en oxygène totale (DCO_t) est déterminée par la relation 2.9 :

$$\text{DCO}_t = \frac{(\text{DCO}_{\text{dilution}} + 2 \times \text{DCO}_{t,\text{dilution}}) \times V_{\text{dilution}}}{2 \times V_d} \quad (2.9)$$

Où :

DCO_t : est la demande chimique en oxygène totale (en g/l) ;

$\text{DCO}_{\text{dilution}}$: est la valeur obtenue pour l'échantillon avec la dilution (en g/l) ;

V_{dilution} : est le volume dans lequel est dilué le substrat (en litre) ;

V_d : est le volume de substrat dilué (en litre).

La DCO_t est déterminée à l'aide de l'expression 2.10 [77] :

$$DCO_t = \frac{800 \times C \times (V_{\text{blanc}} - V_{\text{ech}})}{P_0} \quad (2.10)$$

Où :

C : est le titre de la solution de sel de mohl/mole/l) ;

V_{blanc} : est le volume de sel de mohl nécessaire pour titrer le blanc (en ml) ;

V_{ech} : est le volume de sel de mohl nécessaire pour titrer l'échantillon (en ml) ;

P_0 : est le poids de la prise d'essai (en mg).

2.3.13 Taux de dilution

Le contenu du digesteur est agité mécaniquement en permanence. Le digesteur est alimenté en substrat à un taux de dilution défini comme étant le rapport entre le débit d'influent et le volume du liquide du digesteur. Le taux de dilution agit sur le comportement dynamique des espèces chimiques. Le débit d'entrée doit être suffisant pour permettre la croissance des populations bactériennes, mais pas trop élevé pour éviter l'inhibition de la croissance par le substrat ou un lavage de la culture des bactéries.

Le taux de dilution est défini par l'expression 2.11 :

$$D = \frac{Q_{\text{in}}}{V_{\text{liq}}} \quad (2.11)$$

Où Q_{in} est le débit d'alimentation (en $\text{m}^3 \cdot \text{j}^{-1}$), V_{liq} est le volume du liquide (en m^3) et D est le taux de dilution (en j^{-1}). Dans la présente étude, le taux de dilution du substrat varie de 0,19 à 0,25 j^{-1} avec un changement progressif en moyenne de 0,02 j^{-1} . Les valeurs du taux de dilution du digesteur pilote sont données par le Tableau 2.3. Son évolution temporelle est illustrée par la Figure 2.5.

TABLE 2.3 – Taux de dilution

Temps jour	D j^{-1}
2	0,25
8	0,19
15	0,24
22	0,22
34	0,25
39	0,22
45	0,20

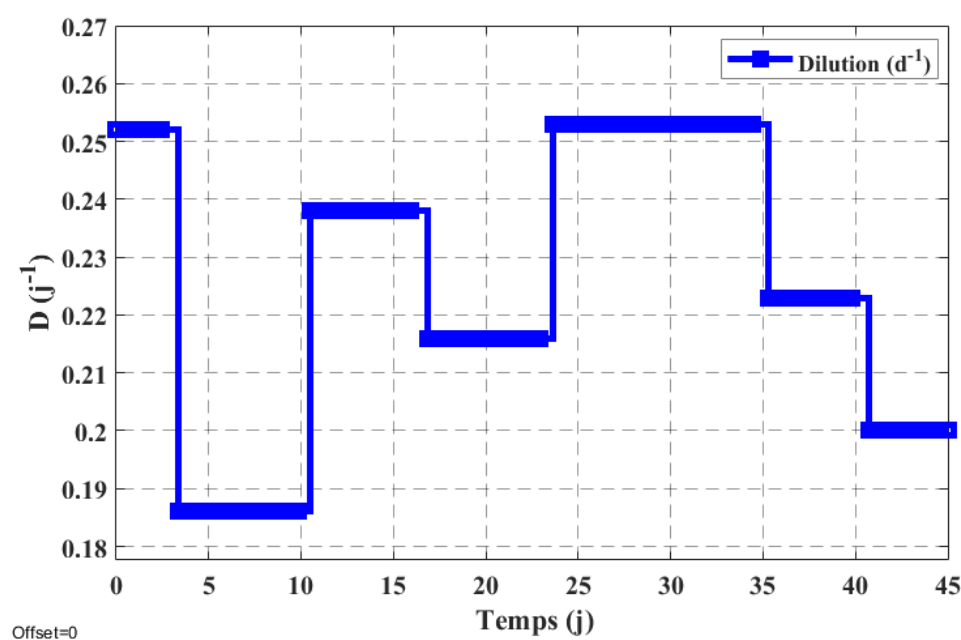


Figure 2.5 – Taux de dilution de l'expérience

2.4 Résultats expérimentaux

2.4.1 Caractérisation physico-chimiques des substrats

La composition des substrats étudiés a été déterminée à partir de la caractérisation des paramètres physico-chimiques des déchets (section 2.2.4). Le Tableau 2.4, nous montre les résultats de la bouse de vache, avec un rapport C/N de 21,40, de même le Tableau 2.5, montre les résultats de la fiente de poules avec un rapport C/N de 20,0 optimum, enfin le Tableau 2.6, montre les résultats obtenus avec les eaux usées avec un rapport C/N de 14,51 optimum. Le substrat issu de déchets municipaux, nous donne un rapport C/N obtenu est de 0,62 optimum. Ce qui est très faible pour une éventuelle production de biogaz à partir de ces types de déchets [10].

TABLE 2.4 – Caractérisation physico-chimique de la bouse de vache

Description	Bouse de vache	Unité
MS	57	%
MO	54	%
C	31	%MS
N	1,46	%MO
DCO	57,35	kg DCO m ³
AGV	2,03	kg DCO m ³
pH	7,45	-
C/N	21,40	-

TABLE 2.5 – Caractérisation physico-chimique de la fiente de poules

Description	Fiente de poules	Unité
MS	65	%
MO	62	%
C	36	%MS
N	1,86	%MO
DCO	39,50	kgDCOm ³
AGV	0,180	kgDCOm ³
pH	7,46	-
C/N	20,00	-

TABLE 2.6 – Caractérisation physico-chimique des eaux usées

Description	Eaux usées	Unité
MS	5,53	%
MO	4,48	%
C	25,70	%MS
N	1,77	%MO
DCO	69,60	kgDCOm ³
AGV	4,80	kgDCOm ³
pH	6,80	-
C/N	14,51	-

TABLE 2.7 – Caractérisation physico-chimique de déchets municipaux

Description	Déchets municipaux	Unité
MS	1,30	%
MO	1,13	%
C	0,65	%MS
N	1,04	%MO
DCO	57,40	kgDCOm ⁻³
AGV	1,57	kgDCOm ⁻³
pH	6,70	-
C/N	0,62	-

2.4.2 Production de biogaz

2.4.2.1 Substrat de type bouse de vache

Pour l'utilisation de bouse de vache comme substrat, les AGV et DCO suivent des évolutions temporelles données par le Tableau 2.8. On note que les AGV restent

en dessous des valeurs limites, traduisant ainsi le bon déroulement de la digestion. La production cumulée de biogaz obtenu lors des différentes mesures est donnée dans le Tableau E.1 (E.1). On peut noter une augmentation, globalement, du débit de biogaz. Aussi, la variation du débit de biogaz suit la variation de taux de dilution. Par ailleurs la température au cours des différentes expériences était comprise entre 27 à 35 °C (plage mésophile).

TABLE 2.8 – Evolutions des AGV et DCO dans le cas de la bouse de vache

Description	AGV kgDCOm ⁻³	DCO kgDCOm ⁻³
0	0,40	38,99
2	0,37	43,54
3	0,54	47,92
8	1,223	50,60
9	1,262	52,04
15	1,68	58,00
16	1,75	58,89
22	1,77	55,52
23	1,76	57,34
34	1,84	59,01
35	1,88	58,91
39	1,76	55,92
40	1,79	56,48
45	1,93	59,04

Il faut noter que l'accumulation d'AGV dans le milieu réactionnel peut avoir deux causes :

- Une augmentation brutale de la production d'AGV,
- un ralentissement de la dégradation des AGV,
- Le suivi du pH, de la concentration des DCO et des AGV font partie des moyens de suivi des bioréacteurs.

2.4.2.2 Substrats issus de différents déchets

Quatre autres expériences ont été réalisées pour différents substrats : bouse de vache, fiente de poules, codigestion (bouse de vache et fiente de poule, 50 % chacun) et les eaux usées. La production du biogaz a commencé le 3^{ème} jour après la charge des digesteurs et elle a duré 45 jours.

La production cumulée de biogaz pour chaque substrat durant la durée totale de l'expérimentation nous a permis de comprendre la productivité du biogaz pour chaque type de déchets. La température au cours des expériences était comprise entre 27 à 28°C pour l'expérience à l'échelle de laboratoire.

La Figure 2.6, illustre la cinétique de productions cumulées de biogaz des substrats (bouse de vaches, fiente de poules et codigestion) pour les déchets d'animaux et la cinétique de productions cumulées de biogaz des substrats (eaux usées) pour les déchets municipaux et industriels. On note qu'un régime stationnaire pour le débit de biogaz a été atteint pour les substrats issus des eaux usées (après 17 jours environ), contrairement aux autres substrats.

Ceci dit une décélération de la courbe d'évolution du biogaz (CH_4 et CO_2). Le débit maximal atteint est de l'ordre de 40 L/j sur l'ensemble des expériences (codigestion).

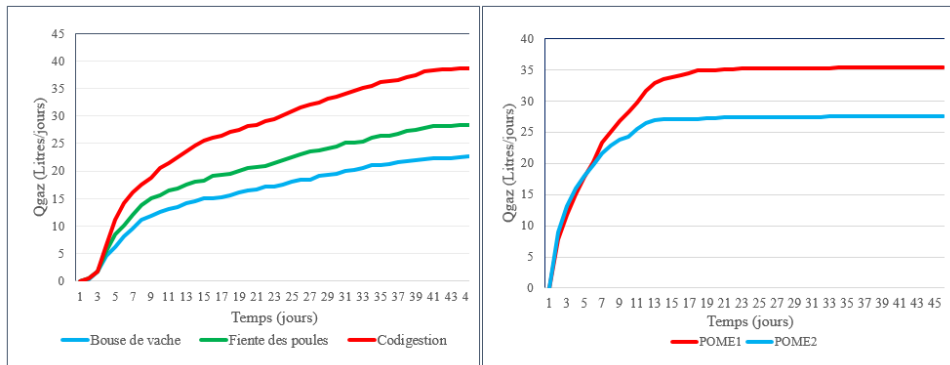


Figure 2.6 – Productions cumulées de biogaz des types de déchets

2.4.3 Discussions des résultats

A partir des résultats donnés dans les sections précédentes, on peut noter que la transformation en composés gazeux (CH_4 et CO_2) d'une quantité définie du substrat organique se produit de la façon suivante :

- (i) sur une durée de 45 jours, 50 % du volume total du biogaz est produit en 9 jours avec un maximum au 9^{ème} jour de la fermentation ;
- (ii) le processus de la fermentation continu entre le 10^{ème} et le 45^{ème} jour.

Les résultats de l'étude expérimentale des substrats de Mamou montrent que la production de biogaz a commencé le 1^{er} et le 3^{ème} jour.

Après 45 jours de méthanisation dans une gamme de température de 27 à 28 °C (plage mésophile), la quantité de biogaz pour les poules pondeuses (28,4 l), supérieure à celle de la bouse de vaches (22,6 l). La codigestion donne la grande valeur (38,7 l) ; en moyenne la production spécifique journalière de biogaz des différents intrants est : bouse de vache (0,50 l/j), fiente de poules (0,63 l/j) et la codigestion (0,86 l/j). Par ailleurs pour les déchets municipaux (eaux usées), nous avons réalisé simultanément deux expériences pour les effluents d'extraction d'huile de palme ou Palm Oil mill Effluent (POME1 et POME2), nous avons obtenu une quantité de biogaz de 35,41 l pour la POME1 et une quantité de 27,59 l pour la POME2.

Pour le digesteur pilote, les résultats obtenus et reportés à 1,5 kg de matière organique biodégradable donnent une production prévisible en biogaz de 0,26 m³/kg de MO soit une production totale de 0,28 m³/kg de MO, avec une humidité relative de la matière première de 80 % et une teneur en matière sèche de 57 % à la température de 28 °C à 36 °C.

Le débit de biogaz pour le digesteur pilote se situe entre 0,73 m³/j et 2,49 m³/j avec une valeur moyenne de 2,05 m³/j.

2.5 Conclusion

Dans ce chapitre, la caractérisation des paramètres physico-chimique des substrats ainsi que du débit de biogaz dans le cas de différents déchets ont été présentés. Cette étude a été réalisée dans le cas d'un biodigester expérimental à échelle

de laboratoire dans un premier temps, puis pour un digesteur pilote construit à l'Institut Supérieur de Technologie (IST) de Mamou.

Différents types de déchets ont été étudiés et analysés : bouse de vache, fiente de poules, codigestion, et l'effluent des eaux usées issues d'extraction d'huile de palme. Pour le digesteur pilote, les résultats obtenus indiquent une production totale de $0,28 \text{ m}^3/\text{kg}$ de MO. Ces résultats sont en cohérence avec celles de l'état de l'art. Après avoir fait le choix des équipements de laboratoire et de la méthodologie de caractérisation des paramètres physico-chimiques et de la production du biogaz à partir de déchets (bouse de vache et fiente de poules), municipaux et industriels (eaux usées). Il a été également démontré que la codigestion (bouse de vache et fiente de poules) conduit à une meilleure production de biogaz. Ceci est également en cohérence avec l'état de l'art [77, 91, 107].

A partir des données expérimentales ainsi collectées, un modèle mathématique du comportement dynamique du digesteur sera établi par la suite. Ces données permettront d'identifier les paramètres de ce modèle selon une procédure classique de modélisation et d'identification des paramètres.

Pour la suite des travaux, nous avons porté le choix sur les déchets de la bouse de vache, vu le potentiel important, la dégradation rapide, et le pouvoir de production rapide du biogaz. Les résultats de caractérisation des paramètres physicochimiques seront utilisés pour la reproduction des données du digesteur pilote de Mamou à partir du modèle ADM1.

Le chapitre 3 présentera le modèle ADM1, qui a été retenu pour la modélisation du procédé, ainsi que la procédure d'identification de ses paramètres.

3 | Modélisation du procédé par le modèle ADM1

Sommaire

3.1	Introduction	32
3.2	Modélisation ADM1 du procédé	34
3.2.1	Introduction	34
3.2.2	Modélisation du système	35
3.2.3	Calibrage du modèle	37
3.2.4	Résultats expérimentaux	39
3.2.5	Ajustement des paramètres du modèle	45
3.2.6	Validation du modèle	48
3.3	Nouvelle validation expérimentale	51
3.4	Conclusion	53

3.1 Introduction

Au cours des dernières années, le niveau de compréhension des processus de digestion anaérobie et leur représentation via des modèles mathématiques a considérablement augmenté [73, 123, 67, 107, 19, 15, 61]. Cependant, l'utilisation pratique et industrielle des modèles a été relativement faible. L'une des raisons peut être la grande variété des modèles et leur nature souvent très spécifique. Parmi les modèles proposés dans la littérature, le modèle ADM1 (Anaerobic Digestion Model n° .1) reste une référence incontournable [15]. Ce modèle de l'International Water Association (IWA) a pour objectif de proposer un modèle générique, adaptable pour différents cas d'étude et représentatif du processus de digestion anaérobie. Ce modèle est rendu générique via l'utilisation d'une nomenclature, des unités et une structure d'équations cohérentes et unifiés. Il a été proposé en 2002 dans le but de proposer une plateforme commune pour la modélisation et la simulation des différentes équations différentielles et algébriques décrivant les différentes étapes composant le processus de la digestion anaérobie dans un réacteur biologique [104]. Le modèle ADM1 se compose en 35 variables d'état qui décrivent la dynamique des dans la phase liquide et qui sont :

- 12 variables d'états représentant les solubles ;
- 12 variables d'états représentant les particulaires ;
- 2 variables d'états représentent les anion et cation dans le soluble ;
- 6 représente les variable d'états acido-basique dans la phase ionisée ;
- 3 variables d'états dans la phase gazeuse.

Ce modèle traduit, mathématiquement, la conversion de la matière organique en biomasse puis en biogaz, composé essentiellement de méthane et de gaz carbonique. Il modélise les quatre étapes principales ayant lieu lors de la digestion anaérobie : l'hydrolyse des particules, l'acidogenèse, l'acétogenèse et la méthanogénèse. Il s'appuie sur le fractionnement de la DCO pour l'établissement des bilans, et modélise les phases solides, liquides et gazeuses dans le réacteur. Le modèle ADM1 comprend 19 processus cinétiques biochimiques, 3 processus cinétiques de transfert de masse liquide-gaz et 7 populations bactériennes.

Dans la littérature, on retrouve souvent l'étude de biodigesteurs de types Batch. Les paramètres cinétiques dans la digestion anaérobie sont alors identifiés avec des méthodes d'identification telle que la technique de recherche du gradient [50, 14, 81]. Cependant, l'inconvénient de ce type de biodigesteur de type batch réside dans le manque d'excitation à l'entrée (vu que l'unique entrée est la condition initiale) ce qui peut mener à un manque de sensibilité des paramètres. Ceci peut être en partie atténué en utilisant différents jeux de conditions initiales [50, 51].

Il s'avère donc qu'étudier les digesteurs dans les modes semi-continus ou continus devraient amener à une meilleure performance en terme d'identification des paramètres du modèle. Du fait de l'objectif du modèle ADM1 d'être le plus générique possible, avec un degré de précision élevée (en comparaison avec des modèles plus simples), ce modèle est complexe. Aussi, il s'avère, dans le cas général, assez délicat d'identifier les paramètres du modèle ADM1 à partir des données expérimentales. En effet, le modèle ADM1 du fait de sa complexité, et du nombre élevé des paramètres introduits, nécessite dans le cas général une quantité élevée de mesures expérimentales. Etant donné que la durée de la digestion dure plusieurs dizaines de jours, cela accroît la difficulté de la disponibilité des mesures expérimentales (temps et coûts financiers). De plus, comme tout problème d'identification de modèle paramétrique, la qualité du modèle identifié dépend énormément de la qualité des mesures (précision, bruits de mesure), de leurs pertinence (identifiabilité structurelle et pratique), et de la performance de l'algorithme d'optimisation utilisé pour l'identification (initialisation, minimas locaux) [124]. Ainsi, les principales critiques de ce modèle sont en lien avec la difficulté de son identifiabilité, une faiblesse dans sa structure et le nombre élevé de paramètres utilisés dans le modèle [75].

Nous avons malgré tout retenu le modèle ADM1 car c'est un outil de modélisation et de simulation assez puissant pour l'étude du procédé de digestion anaérobie. Il nous servira par la suite de modèle de référence, en substitution du procédé réel, pour les études en simulation pour la conception de capteurs logiciels. Les difficultés en lien avec son identifiabilité seront compensés, dans notre étude, par l'utilisation de données types ("valeurs par défaut") fournies pour les paramètres les moins pertinents (après une étude de sensibilité), et la disponibilité de base de données issues de résultats expérimentaux dans la littérature pouvant être exploitées pour certaines données [45]. Cela peut réduire le nombre de paramètres à identifier et ainsi simplifier la procédure d'identification. Bien évidemment, la qualité du modèle ainsi identifié sera réduite, mais comme indiqué précédemment, l'objectif principal est de disposer d'un outil de simulation pour les besoins de l'étude théorique d'automatisation du procédé.

Différentes études dans la littérature ont considéré le calibrage d'un modèle ADM1 pour un procédé de digestion anaérobie [48, 99, 14, 22, 47]. Dans ce chapitre, un modèle ADM1 pour le procédé étudié sera mis au point, à partir des données expérimentales présentées dans le chapitre 2 (voir B qui décrit les équations de l'ADM1). La section 3.2 correspond à l'article (version complétée avec des données

relatives aux conditions opératoires) :

- Y. M. Baldé, S. Diop, S. Tebbani et C. Kanté, *Modeling of a continuous anaerobic digestion of wastes*, 2020 24th International Conference on System Theory, Control and Computing (ICSTCC), New York : IEEE Press, pp. 596–601, DOI : [10.1109/ICSTCC50638.2020.9259735](https://doi.org/10.1109/ICSTCC50638.2020.9259735).

Des nouvelles expériences seront faites pour la validation du modèle.

3.2 Modélisation ADM1 du procédé

3.2.1 Introduction

La digestion anaérobie est un processus naturel de transformation de la matière organique en énergie par des bactéries en l'absence d'oxygène [74]. La digestion est réalisée dans des chambres confinées (appelées digesteurs) à l'intérieur desquelles les réactions de fermentation sont optimisées et contrôlées.

Le biogaz est principalement composé de méthane, qui est produit en réduisant de moitié la teneur en matière organique de nombreux déchets ou sous-produits biodégradables. Le résidu de la digestion (ou digestat) est stable, inodore et pratiquement exempt de germes pathogènes [74]. Ce type de production d'énergie, largement utilisé et connu depuis longtemps, présente une solution prometteuse pour la production d'énergie renouvelable. Il soulève cependant certains défis liés à l'exploitation de ce type de système complexe et incertain [33, 86].

En effet, la digestion anaérobie est un processus en plusieurs étapes dans lequel un consortium de microorganismes agit sur la matière organique composite pour produire du biogaz total (CH_4 , CO_2 , H_2 et H_2S) [102]. La surveillance et le contrôle d'un processus de digestion anaérobie dans des conditions de fonctionnement optimales est une tâche difficile en raison de la complexité du système et du manque de capteurs en ligne pour les variables biologiques et biochimiques.

La modélisation mathématique du processus de digestion anaérobie est la première étape de son automatisation. Dans un deuxième temps, le modèle sera utilisé pour développer des modèles de simulation afin de tester et d'évaluer les stratégies d'estimation et de contrôle [96, 84].

Dans ce contexte, des modèles de simulation de référence (BSM) ont été conçus pour développer, tester et évaluer les stratégies de contrôle et de surveillance des stations d'épuration locales et à l'échelle de l'usine, en utilisant des modèles dynamiques pour obtenir une bonne qualité d'effluent, à un faible coût opérationnel [114].

Plusieurs modèles ont été proposés dans la littérature pour modéliser le processus de digestion anaérobie [19, 15, 61]. Parmi les modèles présentés dans la littérature, le modèle de digestion anaérobie n° 1 (ADM1) proposé dans [15] est probablement le plus utilisé.

Le modèle ADM1 a été testé dans plusieurs applications telles que les boues d'épuration municipales, les déchets solides, les déchets agricoles, les déchets d'élevage et les résidus de culture. ADM1 est un modèle structuré où les processus physiques, chimiques et biologiques sont intégrés dans une matrice biochimique cinétique.

Dans sa version de base, ce modèle décrit 19 processus biochimiques, 3 processus cinétiques de transfert gaz-liquide et 7 populations bactériennes différentes, dont deux biomasses pour la dégradation des sucres solubles et des acides aminés, trois pour le propionate, le butyrate et valérate et les acides gras longues chaînes et enfin deux biomasses pour l'hydrogène et l'acétate dans la phase de méthanogénèse [15].

L'ADM1 est actuellement le modèle le plus complet pour décrire le processus de la

digestion anaérobie. Le modèle ADM1 a été largement utilisé dans des applications académiques et pratiques [15, 61].

Dans cette étude, le modèle ADM1 est utilisé pour modéliser un système expérimental de digestion anaérobie de la bouse de vache. Plus précisément, cette section présente la calibration du modèle ADM1 et l'identification des paramètres pour le digesteur expérimental étudié. La procédure proposée a été développée par analogie avec la respirométrie aérobie utilisée pour la détermination des fractions de demande chimique en oxygène (DCO) de l'influent pour les modèles de systèmes [46]. Les variables de l'ADM1 incluent des composés solubles et particulaires. Toutes les concentrations des composés organiques ainsi que de l'hydrogène moléculaire et des biomasses sont exprimées en demande chimique en oxygène (DCO).

La DCO, communément utilisée pour caractériser les composés organiques dans les eaux usées, est considérée comme étant l'unité de la plupart des modèles décrivant les processus de traitement des eaux usées. L'intérêt de l'ADM1 réside dans le fait qu'il repose sur le fractionnement de la DCO ce qui permet de faire facilement des bilans, les trois phases (solide, liquide et gazeuse) sont modélisées.

Cette procédure permet la détermination simultanée de certaines variables d'état d'entrée de l'ADM1 et de la cinétique d'hydrolyse associée [46]. Dans cette recherche, les paramètres cinétiques des réactions des processus de désintégration, d'acétogénèse et de méthanogénèse pendant la digestion anaérobie sont vérifiés. Les résultats de la simulation sont ensuite comparés à certaines données obtenues expérimentalement, à savoir : la production de biogaz total, composé majoritairement de méthane et de dioxyde de carbone, la concentration de la demande chimique en oxygène (DCO) et la concentration des acides gras volatils (AGV) [24].

3.2.2 Modélisation du système

3.2.2.1 Préparation expérimentale

La simulation a été réalisée sur la base de données recueillies à partir d'un digesteur expérimental construit à l'Institut Supérieur de Technologie (IST) de Mamou, en république de Guinée (voir Figure 2.1). Le digesteur a un volume de 3 m³, fonctionnant dans des conditions mésophiles à 35,6 °C. Le volume de liquide varie entre 1,5 m³ et 2,5 m³ et le temps de rétention hydraulique (TRH) est d'environ 45 jours. Il représente la durée pendant laquelle un composé soluble reste dans le digesteur. Le biodigesteur est alimenté avec 35 kg de matière première. La charge moyenne d'entrée est de 0,34 kg/m³. La production moyenne de biogaz est d'environ 2,1 m³j⁻¹ (j : jour) et varie d'un minimum de 0,73 m³j⁻¹ à un maximum de 2,49 m³j⁻¹. Le digesteur est agité tous les jours, et le milieu de culture sera supposé homogène par la suite.

La caractérisation des variables physiques et biochimiques, à savoir : matière sèche (MS), matière organique (MO) et demande chimique en oxygène (DCO), est basée sur des méthodes standard. Les acides gras volatils (ADM1) ont été mesurés à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse. Des méthodes de détermination, selon [82, 95], ont été utilisées pour caractériser le substrat en termes de glucides, protéines et graisses [95].

La production totale de biogaz a été mesurée à l'aide d'un compteur à gaz de type Itron/G4 GALLUS. Les valeurs de la production de biogaz ont été normalisées. La production de biogaz, la température et le pH ont été mesurés en continu tout au long de l'expérience.

Les mesures de la demande chimique en oxygène (DCO) et la concentration des acides gras volatils (AGV) et du débit de biogaz total (CH₄ et CO₂) seront utilisées

ci-après pour l'identification du modèle. La digestion anaérobie met en œuvre un écosystème microbien anaérobie complexe qui décompose la matière organique en quatre étapes successives pour aboutir au biogaz, mélange composé à 50-70 % de méthane (CH_4) et 30-50 % de dioxyde de carbone (CO_2). La représentation schématique de la digestion anaérobie est montrée sur la Figure 3.1.

3.2.2.2 Modélisation mathématique

Le modèle ADM1 est un modèle non linéaire d'ordre supérieur largement utilisé pour modéliser la digestion anaérobie.

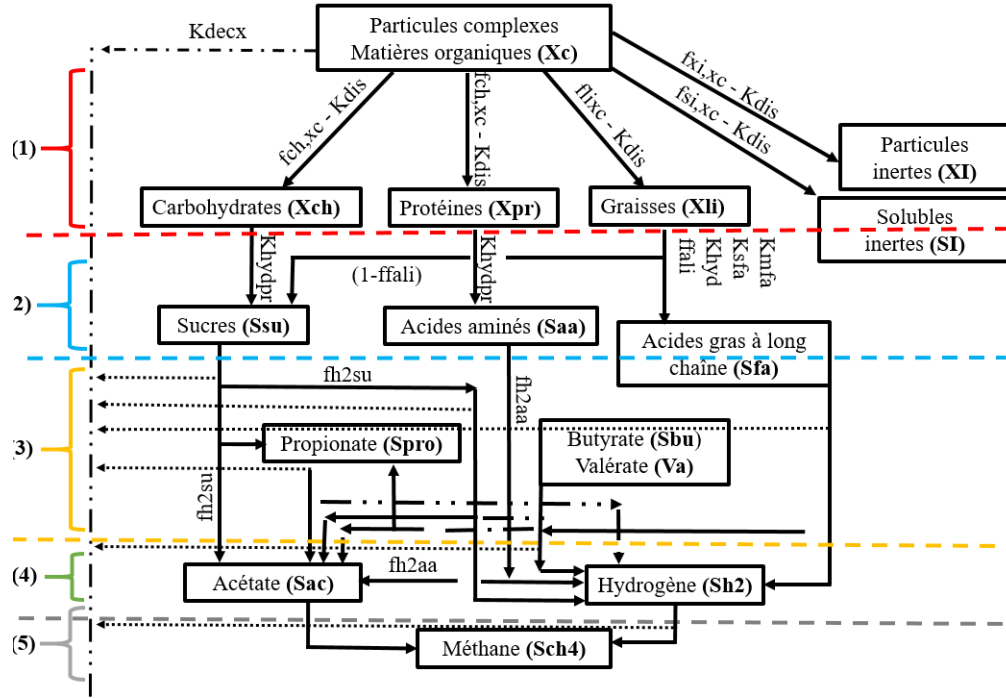


FIGURE 3.1 – Représentation schématique de la digestion anaérobie. (1) Désintégration, (2) Hydrolyse, (3) Acidogénèse, (4) Acétogénèse et (5) Méthanogénèse.

Dans le modèle ADM1, la digestion anaérobie est divisée en 5 processus de base, à savoir : la désintégration, l'hydrolyse, l'acidogénèse, l'acétogénèse et la méthanogénèse, comme nous montre la Figure 3.1. Tous les processus biochimiques extracellulaires sont supposés être de type premier ordre, tandis que toutes les réactions intercellulaires sont des cinétiques de type Monod.

La demande chimique en oxygène (DCO) de l'influent est divisée en 13 variables d'état d'entrée, dont 11 fractions de DCO biodégradables telles que le substrat composite, les glucides, les protéines, les lipides, les sucres, les acides aminés, les acides gras à longue chaîne (AGV), le butyrate, le valérate, le propionate et l'acétate. La DCO inerte de l'influent est divisée en une fraction soluble et une fraction particulaire [56]. Chaque substrat a été considéré comme composé de fractions qui se dégradent à des vitesses différentes. Les fractions particulières ont par définition l'hydrolyse comme taux limitant et, par conséquent, leur taux de désintégration a été décrit par une cinétique d'hydrolyse de premier ordre [122].

Dans cette étude, une version modifiée du modèle ADM1, comme dans [21], est considérée. Cette version modifiée incorpore la concentration des produits particuliers issus de la désintégration de la biomasse dans le vecteur d'état. Le modèle ADM1 modifié est ensuite décrit par un ensemble d'équations différentielles ordi-

naires (ODE) et d'équations différentielles algébriques (DAE). Les équations différentielles ordinaires (ODE) sont environ 35 équations, dérivées de la dynamique de la variable d'état correspondant à un composant de la phase liquide. Elles sont déterminées à partir d'un bilan massique dans l'hypothèse d'un digesteur à cuve agitée à flux continu.

Dans [105], certaines équations différentielles ordinaires (ODE) peuvent être remplacées par des équations différentielles algébriques (DAE). Les équations différentielles algébriques concernent 33 variables en régime permanent (substrats, intermédiaires de réaction et produits gazeux, c'est-à-dire le méthane, l'hydrogène, le dioxyde de carbone en phase liquide et gazeuse). Le modèle comprend 105 paramètres stœchiométriques et cinétiques.

Le logiciel Matlab et Simulink proposé par [15] et [105] a été utilisé comme outil de simulation dans cette étude.

3.2.3 Calibrage du modèle

3.2.3.1 Débit d'entrée

Tout d'abord, il faut déterminer le débit d'entrée du déchet. Le digesteur fonctionne en mode continu (le débit de sortie est égal à son entrée, ce qui conduit à un volume de culture constant). Ce débit doit être suffisant pour permettre la croissance des populations bactériennes, mais pas trop élevé pour éviter une inhibition de la croissance par le substrat ou un lessivage de la culture. Dans cette étude, le débit d'entrée a été déterminé expérimentalement par la détermination du taux de dilution (noté D). Ce dernier est défini comme l'inverse du temps de rétention hydraulique (TRH). Il peut également être défini comme suit :

$$D = \frac{Q_{in}}{V_{Liq}} \quad (3.1)$$

Où Q_{in} est le débit d'alimentation (en $m^3 \cdot j^{-1}$), V_{Liq} est le volume de liquide (en m^3) et D est le taux de dilution (en j^{-1}).

La valeur du taux de dilution à utiliser dans la procédure d'identification doit être déterminée. Plusieurs expériences ont été réalisées et des expériences de digestion anaérobie ont été effectuées pour plusieurs valeurs de taux de dilution sur une période de 45 jours.

3.2.3.2 Détermination des paramètres du modèle

A partir des mesures expérimentales disponibles du débit de gaz, des concentrations en AGV et DCO, les paramètres du modèle sont ajustés de manière à ce que les données expérimentales soient aussi proches que possible des valeurs prédites avec le modèle ADM1.

En outre, le modèle ADM1 est un modèle non linéaire d'ordre élevé, ce qui rend la calibration du modèle difficile. Dans cette étude, les paramètres du modèle ont été divisés en deux groupes. Le premier groupe contient des paramètres moins influents. Leur valeur sera fixée à partir de la littérature. Le second groupe de paramètres représente les paramètres du modèle les plus influents sur la sortie du système. Ils seront alors identifiés à partir des données mesurées. Les paramètres du modèle à identifier sont alors déterminés en résolvant un problème d'optimisation. La valeur optimale des paramètres, Θ^* , minimise la fonction de coût exprimée comme 3.2 :

$$J = \|y - y_p\|_W^2 \quad (3.2)$$

Où y est un vecteur des valeurs mesurées des concentrations : AGV, DCO et du débit de gaz (Q), respectivement et y_p est un vecteur contenant les valeurs prédites de ces variables.

La matrice variable W , est une matrice de normalisation. Des contraintes pourraient être ajoutées à ce problème d'optimisation, par exemple pour forcer chaque composante Θ à être positive. La détermination de l'influence des paramètres sur les résultats a été déterminée grâce à une analyse de sensibilité.

L'analyse de sensibilité consiste à mesurer l'influence qu'a une perturbation sur l'entrée d'un système sur l'incertitude de sa sortie. Afin de définir quel paramètre peut influencer la variable une variable donnée, une analyse de sensibilité des résultats par rapport aux paramètres doit être effectuée. Dans cette étude, l'analyse de sensibilité discrète est utilisée pour sa simplicité de mise en œuvre. La sensibilité paramétrique pour les systèmes continus pourrait également être utilisée. Cependant, la complexité du modèle ADM1 rend sa mise en œuvre difficile. Une étude de sensibilité globale, par exemple basée sur l'analyse de sobol, pourrait également être étudiée.

On distingue deux types d'analyse : l'analyse de sensibilité globale qui explore l'espace des entrées sur l'intégralité du domaine de définition, et l'analyse de sensibilité locale qui l'explore autour d'une valeur précise.

Dans ces travaux, la fonction sensibilité relative (RSF) proposée dans [97] est utilisée. Elle est définie comme l'expression 3.3 :

$$\delta_{i,j} = \frac{P_i}{y_j(P_i)} \frac{y_i(P_i + \Delta P_i) - y_j(P_i)}{\Delta P_i} \quad (3.3)$$

Où $\delta_{i,j}$ est le RSF entre P_i et y_j , P_i est le $i^{\text{ème}}$ paramètres, $y_j(P_i)$ est la $j^{\text{ème}}$ sortie, et ΔP_i la variation sur les paramètres.

Une valeur allant jusqu'à 20 % pour ΔP_i est couramment utilisée. Dans cette étude, la variation des paramètres ΔP_i est déterminée à partir de la plage de l'ordre du paramètre de la littérature pour une application similaire.

La valeur de RSF aidera à déterminer l'influence des $i^{\text{ème}}$ paramètres sur la $j^{\text{ème}}$ sorties [97] :

- $\text{RSF} < 0,25$: Pas d'influence, noté "0" ;
- $0,2 \leq \text{RSF} < 1$: Sensible, noté "+" ;
- $1 \leq \text{RSF} < 2$: Très sensible, noté "++" ;
- $\text{RSF} \geq 2$: Extrêmement sensible, noté "+++".

Pour chaque paramètre du modèle ADM1, les valeurs du RSF pour toutes les sorties sont calculées afin de déterminer le meilleur possible des paramètres.

Il convient de mentionner qu'un paramètre peut affecter plusieurs variables d'état tout comme il peut être constaté que plusieurs paramètres peuvent affecter la même variable d'état. Certains paramètres ajustables sont présentés dans la Figure 3.1.

L'influence des paramètres sur les résultats dépend aussi fortement des conditions de fonctionnement. Pour les conditions d'inhibition, les paramètres liés à la cinétique d'inhibition sont les plus influents. Au contraire, si le système est exploité loin des conditions d'inhibition, ces paramètres d'inhibition ont moins d'influence sur les sorties. Il est donc important de réaliser une analyse de sensibilité pour des conditions de fonctionnement proches des conditions optimales ou pour plusieurs entrées afin de caractériser l'influence des paramètres pour plusieurs études de cas. Cependant, l'identification des paramètres d'un modèle biologique peut être une tâche difficile, d'autant plus que les données mesurées sont peu nombreuses. Dans cette étude, nous choisissons de limiter l'identification des paramètres biochimiques uniquement. Les paramètres stœchiométriques seront soit fixés à une valeur issue de la littérature pour des procédés des digestions anaérobies similaires, soit à la

valeur par défaut du modèle ADM1 si leur influence pour le débit d'entrée considéré est très faible.

De plus, les taux de désintégration pour toutes les acétogènes ont été augmentés à $0,04 \text{ j}^{-1}$ en accord avec d'autres recherches indiquant des taux de désintégration supérieurs à $0,02 \text{ j}^{-1}$ [13].

Dans la section 3.2.4.1, les résultats obtenus en appliquant la procédure proposée sont détaillés et analysés.

3.2.4 Résultats expérimentaux

3.2.4.1 Caractérisation de l'influent

La caractérisation de l'intrant est une étape critique dans la modélisation de la digestion anaérobie (AD). La concentration à l'entrée était de $18,10 \text{ kgDCO.m}^{-3}$. Cela conduit à $X_{c,in}$ est de $41,66 \text{ kgDCO.m}^{-3}$ en moyenne, son profil est illustré par la Figure 3.4 et $S_{su,in}$ est de $0,05 \text{ kgDCO.m}^{-3}$. La température de l'influent est en moyenne de $35,6 \text{ }^{\circ}\text{C}$, son profil est donné par la Figure 3.3. Le carbone inorganique dans l'influent est calculé en supposant que le CO_2 est à l'équilibre avec sa pression partielle atmosphérique.

Ensuite, $S_{an,in}$ et $S_{an,in}$ sont des concentrations qui vont déterminer l'équilibre des charges. La caractérisation de l'entrée est donnée dans le Tableau 3.1.

TABLE 3.1 – Caractéristiques des paramètres en entrée

Composés	Description	Valeurs	Unité
$S_{su,in}$	Concentration du sucre	0,050	kgDCO.m^{-3}
$X_{c,in}$	Concentration de composite	41,66	kgDCO.m^{-3}
$S_{IC,in}$	Concentration en carbone inorganique	0,150	kmole.C.m^{-3}
$S_{IN,in}$	Concentration en azote inorganique	0,130	kmole.N.m^{-3}
$S_{cat,in}$	Concentration en cations inertes	0,040	kmole.m^{-3}
$S_{an,in}$	Concentration en anions inertes	0,020	kmole.m^{-3}
TD_{in}	Température	35,60	$^{\circ}\text{C}$

TABLE 3.2 – Valeurs du taux de dilution

Temps jours	D j^{-1}	Temps jours	D j^{-1}
0	0,25	22	0,21
2	0,25	23	0,25
3	0,18	34	0,25
8	0,18	35	0,22
9	0,24	39	0,22
15	0,24	40	0,20
16	0,21	45	0,20

Le débit d'entrée a été choisi avec une évolution constante par morceaux avec un volume de liquide de $1,5 \text{ m}^3$, le taux de dilution est alors donné par le Tableau 3.2 et illustré par la Figure 3.2. Le taux de dilution du substrat varie d'un minimum de $0,18 \text{ j}^{-1}$ à un maximum de $0,25 \text{ j}^{-1}$ avec un changement progressif en moyenne de $0,02 \text{ j}^{-1}$.

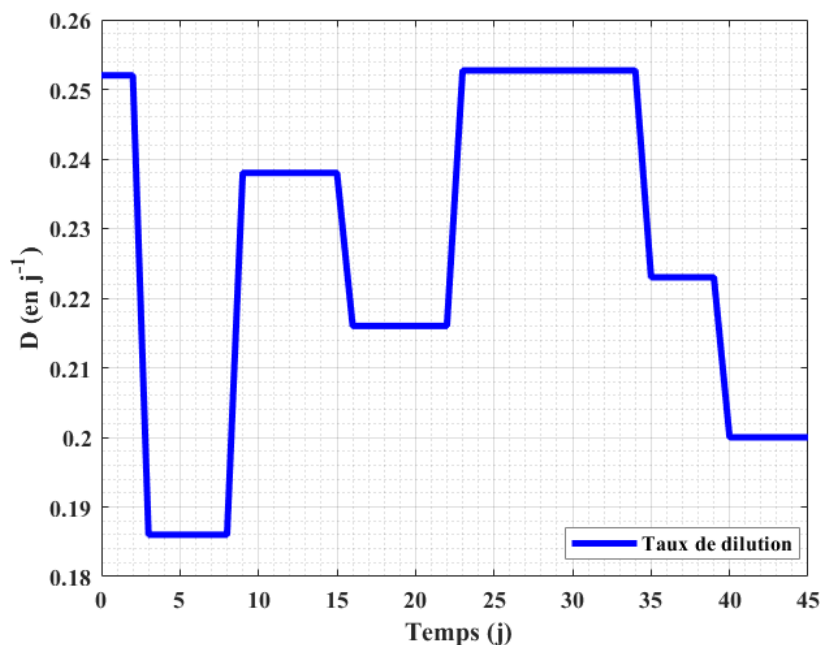


FIGURE 3.2 – Évolution du taux de dilution en fonction du temps

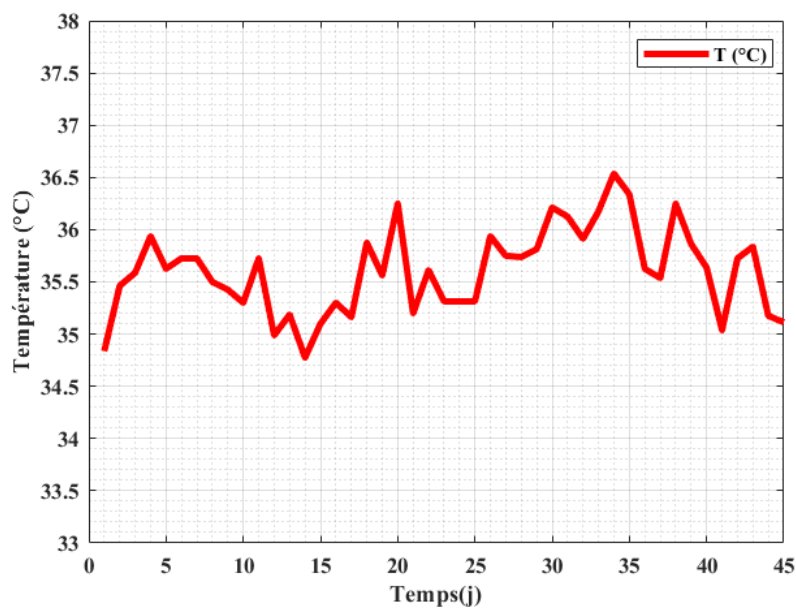
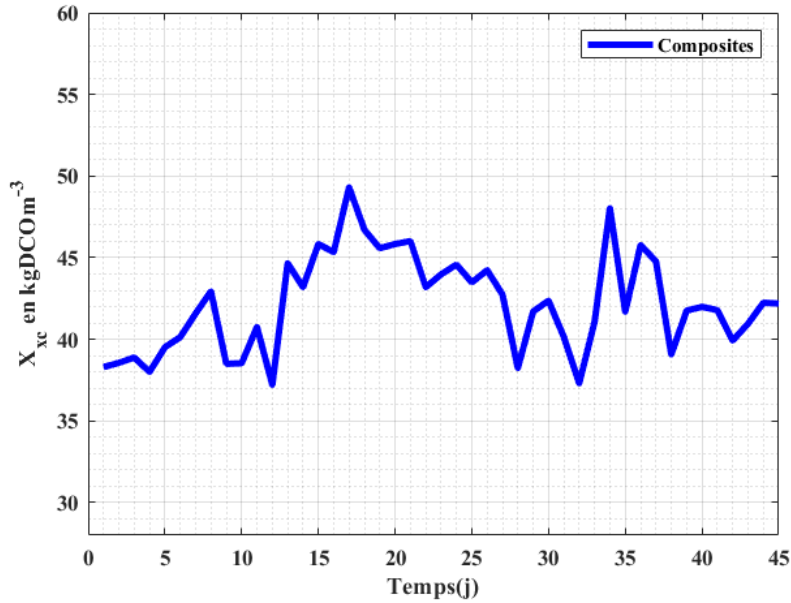


FIGURE 3.3 – Variation de la température du biodigesteur en entrée

Le profil de la température est donnée par la Figure 3.3. La température du biodigesteur influence beaucoup sur la production du biogaz.

FIGURE 3.4 – Variation de la concentration de X_c en entrée

Le profil de la concentration des substrats composites (X_c) est donnée par la [Figure 3.4](#). Le [Tableau 3.3](#) fournit les résultats de la caractérisation des paramètres physico-chimiques en entrée, avec un rapport carbone et azote d'environ 21,4 en moyenne et un potentiel hydrogène (pH) de 7,45. Le pH affecte en particulier l'activité enzymatique des micro-organismes, il est important pour stabiliser le processus des digesteurs anaérobies.

TABLE 3.3 – Paramètres physico-chimiques en entrée

Description	Bouse de vache	Unité
MS	57	%
MO	54	%
C	31	%MS
N	1,46	%MO
DCO	57,35	kgDCO.m ⁻³
AGV	2,03	kgDCO.m ⁻³
pH	7,45	-
C/N	21,40	-

L'implémentation a été proposée dans la littérature par C. Rosen et al. en 2006 [105] dans «*Aspects on ADM1 Implémentation within the BSM2 Framework*» où elle est un peu différente de la description du modèle dans Batstone et al. (2002) [15]. Premièrement, l'ADM1 est mis de manière à être cohérent avec le BSM2 complet sur lequel le modèle est basé. Deuxièmement, les exigences de calcul doivent être prises en compte. Troisièmement, aucune valeur explicite n'est donnée dans Batstone et al. (2002) [15] concernant les teneurs en carbone et en azote de certaines variables d'état.

L'implémentation de C. Rosen et al. [105] est constituée d'un schéma Simulink qui contient des s-fonction correspondant aux différentes manières de résoudre le système des équations différentielles algébriques (DAE) et des équations différentielles ordinaires (ODE) dans le but d'améliorer les performances du système et diminuer les temps de calculs. A partir de ces données, les valeurs initiales des états sont calculées à partir de [13], [94] et [130]. Les valeurs des états au moment initial sont indiquées dans les tableaux 3.4 et 3.5.

TABLE 3.4 – Valeurs des composants solubles (^aEstimé à partir de [130], ^bEstimé à partir de [94])

Description	Valeur	Unité
Monosacharides	5,00 ^a	kgCOD.m ⁻³
Valerate total	0,125	kgCOD.m ⁻³
Butyrate total	0,065	kgCOD.m ⁻³
Propionate total	0,132	kgCOD.m ⁻³
Acetate total	0,215	kgCOD.m ⁻³
Glucides	18 ^b	kgCOD.m ⁻³
Protéines	31 ^b	kgCOD.m ⁻³
Lipides	1,7 ^b	kgCOD.m ⁻³
Particules inertes	35,30 ^b	kgCOD.m ⁻³

TABLE 3.5 – Valeurs initiales des dégradeurs (^aEstimé à partir de [94])

Description	Valeur	Unité
Dégradeurs d'acétates	1,2 ^a	kgCOD.m ⁻³
Dégradeurs d'hydrogène	0,5 ^a	kgCOD.m ⁻³
Dégradeurs de sucre	0,27 ^a	kgCOD.m ⁻³
Dégradeurs d'acides aminés	0,78 ^a	kgCOD.m ⁻³
Dégradeurs de LCFA	0,15 ^a	kgCOD.m ⁻³
Dégradeurs de valérate et de butyrate	0,28 ^a	kgCOD.m ⁻³
Dégradeurs de propionate	0,09 ^a	kgCOD.m ⁻³

3.2.4.2 Simulation du modèle ADM1

Le système est représenté par un biodigesteur expérimental de type continu. Les données à la sortie du modèle sont le débit de biogaz total (CH₄ + CO₂), les concentrations des variables d'entrées, et les états du modèle ADM1 qui modélisent les digesteurs anaérobies, ainsi que les caractéristiques physiques des digesteurs. Le modèle ADM1 est alimenté par les données en entrée (débit de l'influent, composite, température) et les conditions initiales des variables d'état. Certains paramètres utilisés pour la simulation du modèle ADM1 étaient des valeurs par défaut (Batstone et al. 2002a) [15]. Les valeurs initiales des paramètres du modèle ADM1 qui sont utilisés pour la simulation sont des données des tableaux 3.6 à 3.8. Le logiciel Matlab/Simulink a été utilisé pour la simulation numérique.

TABLE 3.6 – Paramètres stœchiométriques du modèle ADM1 [15]

i	Paramètres	Valeurs	Unité
1	$f_{si,xc}$	0,15	-
2	$f_{xi,xc}$	0,11	-
3	$f_{ch,xc}$	0,16	-
4	$f_{pr,xc}$	0,19	-
5	$f_{li,xc}$	0,340	-
6	N_{xc}	0,0376/14,0	kmole.N.kgDCO.m ⁻³
7	N_i	0,06/14,0	kmole.N.kgDCO.m ⁻³
8	N_{aa}	0,007	kmole.N.kgDCO.m ⁻³
9	C_{xc}	0,028	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
10	C_{si}	0,030	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
11	C_{ch}	0,031	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
12	C_{pr}	0,030	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
13	C_{li}	0,022	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
14	C_{xi}	0,030	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
15	C_{su}	0,031	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
16	C_{aa}	0,030	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
17	$C_{fa,li}$	0,950	-
18	C_{fa}	0,022	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
19	$f_{h2,su}$	0,190	-
20	$f_{bu,su}$	0,130	-
21	$f_{pro,su}$	0,270	-
22	$f_{ac,su}$	0,410	-
23	N_{bac}	0,08/14,0	kmole.N.kgDCO.m ⁻³
24	C_{bu}	0,025	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
25	C_{pro}	0,027	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
26	C_{ac}	0,031	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
27	C_{bac}	0,031	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
28	Y_{su}	0,100	kg.DCO.C.kgDCO.m ⁻³
29	$f_{ha,aa}$	0,060	-
30	$f_{va,aa}$	0,230	-
31	$f_{bu,aa}$	0,260	-
32	$f_{pro,aa}$	0,050	-
33	$f_{ac,aa}$	0,400	-
34	C_{va}	0,024	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
35	Y_{aa}	0,080	kg.DCOx.kgDCO.m ⁻³
36	Y_{fa}	0,060	kg.DCOx.kgDCO.m ⁻³
37	Y_{c4}	0,080	kg.DCOx.kgDCO.m ⁻³
38	Y_{pro}	0,040	kg.DCOx.kgDCO.m ⁻³
39	Y_{ch4}	0,016	kmole.C.kgDCO.m ⁻³
40	Y_{ac}	0,080	kg.DCOx.kgDCO.m ⁻³
41	Y_{h2}	0,060	kg.DCOx.kgDCO.m ⁻³

TABLE 3.7 – Paramètres biochimiques du modèle ADM1[15]

i	Paramètres	Valeurs	Unité
42	$k_{\text{hyd,ch}}$	10,00	j^{-1}
43	$k_{\text{hyd,pr}}$	10,00	j^{-1}
44	$k_{\text{hyd,li}}$	10,00	j^{-1}
45	$K_{\text{S,IN}}$	1.10^{-3}	kmole.m^{-3}
46	$k_{\text{m,su}}$	25,00	j^{-1}
47	$K_{\text{S,su}}$	0,50	kgDCO.m^{-3}
48	$\text{pH}_{\text{UL,aa}}$	5,50	-
49	$\text{pH}_{\text{LL,aa}}$	4,00	-
52	$k_{\text{m,aa}}$	50,00	j^{-1}
53	$K_{\text{S,aa}}$	0,30	kgDCO.m^{-3}
54	$k_{\text{m,fa}}$	6,00	j^{-1}
55	$K_{\text{S,fa}}$	0,40	kgDCO.m^{-3}
56	$K_{\text{Ih2,fa}}$	5.10^{-6}	kgDCO.m^{-3}
57	$K_{\text{Ih2,c4}}$	1.10^{-4}	kgDCO.m^{-3}
58	$K_{\text{Ih2,pro}}$	$2.4\text{e-}8$	kgDCO.m^{-3}
59	$K_{\text{I,nh3}}$	0,002	kmole.m^{-3}
60	$\text{pH}_{\text{UL,ac}}$	7,00	-
61	$\text{pH}_{\text{LL,ac}}$	6,00	-
62	$k_{\text{m,h2}}$	35,00	j^{-1}
63	$K_{\text{S,h2}}$	$0,7.10^{-5}$	kgDCO.m^{-3}
64	$\text{pH}_{\text{UL,h2}}$	6,00	-
65	$\text{pH}_{\text{LL,h2}}$	5,00	-
66	$k_{\text{dec,Xsu}}$	0,020	j^{-1}
67	$k_{\text{dec,Xaa}}$	0,020	j^{-1}
68	$k_{\text{dec,Xfa}}$	0,020	j^{-1}
69	$k_{\text{dec,Xc4}}$	0,020	j^{-1}
70	$k_{\text{dec,Xpro}}$	0,020	j^{-1}
71	$k_{\text{dec,Xac}}$	0,020	j^{-1}
72	$k_{\text{dec,Xh2}}$	0,020	j^{-1}

TABLE 3.8 – Paramètres physicochimiques du modèle ADM1[15]

i	Paramètres	Valeurs	Unité
73	R	0,0831	bar.kmole.m ⁻³ .K
74	T _{base}	298,15	K
75	T _{op}	308,15	K
76	pK _{w,base}	14,00	kmole.m ⁻³
77	pK _{a,va,base}	4,86	kmole.m ⁻³
78	pK _{a,bu,base}	4,82	kmole.m ⁻³
79	pK _{a,pro,base}	4,88	kmole.m ⁻³
80	pK _{a,ac,base}	4,76	kmole.m ⁻³
81	pK _{a,co2,base}	6,35	kmole.m ⁻³
82	pK _{a,IN,base}	9,25	kmole.m ⁻³
83	k _{A,Bva}	1.10 ⁸	kmole.m ⁻³ .j ⁻¹
84	k _{A,Bbu}	1.10 ⁸	kmole.m ⁻³ .j ⁻¹
85	k _{A,Bpro}	1.10 ⁸	kmole.m ⁻³ .j ⁻¹
86	k _{A,Bac}	1.10 ⁸	kmole.m ⁻³ .j ⁻¹
87	k _{A,Bco2}	1.10 ⁸	kmole.m ⁻³ .j ⁻¹
88	k _{A,BIN}	1.10 ⁸	kmole.m ⁻³ .j ⁻¹
89	P _{atm}	1,013	bar
90	P _{gaz,h2o}	0,06	bar
91	k _P	5.10 ⁴	m ³ .j ⁻¹ .bar ⁻¹
92	k _{la}	200,00	j ⁻¹
93	K _{H,h2o,base}	0,031	kmole.m ⁻³ .bar ⁻¹
94	K _{H,co2,base}	0,035	kmole.m ⁻³ .bar ⁻¹
95	K _{H,ch4,base}	0,001	kmole.m ⁻³ .bar ⁻¹
96	K _{H,h2,base}	0,001	kmole.m ⁻³ .bar ⁻¹

3.2.5 Ajustement des paramètres du modèle

Dans un premier temps, la classification des paramètres du modèle en fonction de leur influence sur les sorties est effectuée comme décrit dans la section 3.2.3.2.

L'analyse de sensibilité est effectuée pour le profil de dilution décrit dans la section 3.2.3.1. Les paramètres du modèle sont, dans ce cas, fixés soit à des valeurs issues de la littérature, soit à des valeurs données par défaut dans le modèle ADM1. Si les paramètres à ajuster sont identifiés, on simule le modèle ADM1 en prenant en compte les données d'entrées. Le système de digestion anaérobie est alimenté tous les jours avec le substrat de la bouse de vache.

Pour l'ajustement des paramètres, nous avons utilisés les résultats de la simulation du système avec les valeurs du modèle ADM1 [15, 105] : simulation en alimentation variable en entrée, comparer les résultats de la simulation avec les valeurs expérimentales, ajuster la valeur des paramètres influents sur la composante qu'on voudrait calibrer et réaliser une analyse de sensibilité des paramètres pour identifier les paramètres influents. L'avantage de l'analyse de sensibilité consiste à déterminer les paramètres des modèles les plus influents et permet de faire l'identification des paramètres les plus dominants et favorise la simplification des modèle complexes.

TABLE 3.9 – Composés dans la phase liquide et des concentrations ionisées du modèle ADM1

i	Composés	Description	Valeurs	Unité
1	S _{su}	Monosaccharides	0,050	kgDCO.m ⁻³
2	S _{aa}	Acides aminés	0,005	kgDCO.m ⁻³
3	S _{fa}	Acides gras longue chaines	0,099	kgDCO.m ⁻³
4	S _{va}	Valérate	0,013	kgDCO.m ⁻³
5	S _{bu}	Butyrate	0,065	kgDCO.m ⁻³
6	S _{pro}	Propionate	0,13	kgDCO.m ⁻³
7	S _{ac}	Acétate	0,21	kg DCO.m ⁻³
8	S _{h2}	Hydrogène	2,3e-007	kgDCO.m ⁻³
9	S _{ch4}	Méthane	0,05	kgDCO.m ⁻³
10	S _{IC}	Carbone inorganique	0,15	kmole.C.m ⁻³
11	S _{IN}	Azote inorganique	0,13	kmole.N.m ⁻³
12	S _I	Solubles inertes	0,33	kg.DCO.m ⁻³
13	S _{cat}	Cations	0,04	kmole.m ⁻³
14	X _c	Composite	0,31	kgDCO.m ⁻³
15	X _{ch}	Glucides	0,028	kgDCO.m ⁻³
16	X _{pr}	Protéine	0,10	kgDCO.m ⁻³
17	X _{li}	Lipides	1,70	kgDCO.m ⁻³
18	X _{su}	Sucre dégradé	0,42	kgDCO.m ⁻³
19	X _{aa}	Acides aminés dégradés	1,78	kgDCO.m ⁻³
20	X _{fa}	Acides gras longue chaines	0,15	kgDCO.m ⁻³
21	X _{c4}	Valérate et propionate	0,43	kgDCO.m ⁻³
22	X _{pro}	Propionate dégradés	0,09	kgDCO.m ⁻³
23	X _{ac}	Acides acétiques particuliers	1,20	kgDCO.m ⁻³
24	X _{h2}	Hydrogène	0,50	kgDCO.m ⁻³
25	X _I	Particulaire Inertes	25,60	kgDCO.m ⁻³
26	S _{an}	Anions	0,02	kmole.m ⁻³
27	S _{hva}	Valérate	0,01	kgDCO.m ⁻³
28	S _{hbu}	Butyrate	0,01	kgDCO.m ⁻³
29	S _{hpro}	Propionate	0,02	kgDCO.m ⁻³
30	S _{hac}	Acétate	0,20	kgDCO.m ⁻³
31	S _{hco3}	Bicarbonate	0,14	kmole.C.m ⁻³
32	S _{nh3}	Amoniaque	41.10 ⁻⁵	kmole.N.m ⁻³

TABLE 3.10 – Composés dans la phase gazeuse du modèle ADM1

i	Composés	Description	Valeurs	Unité
33	S _{gas,h2}	Hydrogène	102.10 ⁻⁵	kgDCOx.kgDCOs.m ⁻³
34	S _{gas,ch4}	Méthane	1,63	kgDCOx.kgDCOs.m ⁻³
35	S _{gas,co2}	Dioxyde de carbone	0,01	kmole.C.m ⁻³

La sensibilité de k_{dis} par rapport à X_c est testée. Par défaut, on note $k_{dis} = 0,5$; puis on pose $k_{dis} = 0,5$ à nouveau, enfin on simule les valeurs de $X_c(k_{dis})$ et $X_c(k_{dis} + \Delta k_{dis})$.

Ensuite, on calcule l'analyse de sensibilité relative (RSF) :

$$\delta_{X_c, k_{dis}} = \frac{k_{dis}}{X_c(k_{dis})} \frac{X_c(k_{dis} + \Delta k_{dis}) - X_c(k_{dis})}{\Delta k_{dis}} \quad (3.4)$$

Après calcul, une partie des résultats de l'analyse de sensibilité sont donnés dans le Tableau 3.11. On remarque que la concentration de substrat composite notée X_c , est extrêmement sensible à la variation de la constante de désintégration k_{dis} , alors que les concentrations de DCO, d'AGV, et du débit de biogaz (Q) sont moins sensibles à la variation de ce paramètre.

De même, on constate que X_c , les concentrations en DCO et en AGV ne sont pas sensibles à la variation du paramètre stœchiométriques $f_{xi,xc}$, au contraire le débit de gaz est très sensible à ce paramètre. Le paramètre $f_{xi,xc}$ est le rendement de désintégration de X_c en soluble inerte X_I (voir la Figure 3.1). En général, X_c est très sensible à la variation de $f_{xi,xc}$.

Cependant, pour le profil du taux de dilution (D) considéré et dans les conditions d'exploitation pour lesquelles l'analyse de sensibilité a été réalisée, il devient moins important que les autres paramètres. Il est donc important de souligner que le résultat de l'analyse de sensibilité dépend des conditions opératoires considérées.

TABLE 3.11 – Exemple d'analyse sensibilité du modèle ADM1

Paramètres	X_c	DCO	AGV	Q
k_{dis}	+++	+	+	+
$f_{xi,xc}$	0	0	0	++
$f_{si,xc}$	0	0	0	++
$k_{m,pro}$	0	0	+++	0
$k_{m,ac}$	0	+++	+++	+++

D'après l'analyse de sensibilité, 7 paramètres parmi les 105 paramètres du modèle sont considérés comme les paramètres les plus influents. Comme mentionné précédemment, seuls les paramètres cinétiques sont sélectionnés pour être identifiés. Les paramètres à identifier sont la constante de désintégration (notée k_{dis}) et les paramètres décrivant les cinétiques liées à l'absorption du butyrate, du propionate et de l'acétate. Ces trois dernières cinétiques incluent des effets de limitation et d'inhibition. Par conséquent, les paramètres impliqués dans ces cinétiques sont le taux d'absorption maximal du butyrate ($k_{m,c4}$), du propionate (noté $k_{m,pro}$) et de l'acétate ($k_{m,ac}$); les coefficients de demi-saturation associés ($K_{S,c4}$, $K_{S,pro}$ et $K_{S,ac}$). Les coefficients décrivant les effets d'inhibition ne sont pas identifiés puisque le profil de dilution considéré ne conduit pas le système à fonctionner dans les conditions d'inhibition. Tous les autres paramètres du modèle ADM1 (à l'exception des 7 paramètres mentionnés dans le Tableau 3.11) seront fixés à leurs valeurs issues de la littérature et plus particulièrement, selon [15].

Les 7 paramètres k_{dis} , $k_{m,c4}$, $k_{m,pro}$, $k_{m,ac}$, $K_{S,c4}$, $K_{S,pro}$ et $K_{S,ac}$ sont identifiés pour obtenir le meilleur ajustement aux données expérimentales. La fonction *fminsearch* de la boîte à outils Matlab/Simulink est utilisée pour la simulation du modèle

ADM1. D'autres algorithmes d'optimisation ont été testés avec des résultats similaires. L'algorithme d'optimisation a été initialisé avec les valeurs initiales des valeurs par défaut des paramètres du modèle ADM1 (voir la section 3.2.4.2).

Les données mesurées sont divisées en deux ensembles. Le premier ensemble, appelé Data#1, correspondant aux données mesurées du temps $t = 0$ au temps $t = 22$ jours, est utilisé pour l'identification. Le second ensemble, appelé Data#2, correspondant aux données mesurées entre le temps $t = 22$ jours et le temps $t = 45$ jours, est utilisé pour la validation du modèle.

Les paramètres ajustés sont présentés dans le Tableau 3.11. On peut remarquer que pour certains paramètres, les valeurs identifiées sont très proches de leur valeur initiale (par exemple, $K_{S,ac}$), alors qu'elles peuvent être très différentes dans les autres cas (par exemple, $K_{m,c4}$).

Cependant, toutes les valeurs obtenues sont en accord avec le domaine de variation de ces paramètres rapporté dans la littérature.

TABLE 3.12 – Optimisation des paramètres du modèle ADM1

i	Composés	Initial	Identification	Unité
1	k_{dis}	0,50	0,21	j^{-1}
2	$k_{m,c4}$	20,00	7,00	j^{-1}
3	$k_{m,ac}$	8,00	6,28	j^{-1}
4	$k_{m,pro}$	12	5,50	j^{-1}
5	$K_{S,ac}$	0,15	0,13	j^{-1}
6	$K_{S,c4}$	0,20	0,35	$kgDCO.m^{-3}$
7	$K_{S,pro}$	0,10	0,39	$kgDCO.m^{-3}$

3.2.6 Validation du modèle

Les sorties prédites avec les paramètres identifiés sont illustrées par la Figure 3.5 à la Figure 3.8. Ces figures fournissent également les sorties avec une estimation initiale des valeurs des paramètres et des données mesurées. Le pH est donné par la Figure 3.8, il n'a pas été utilisé pour l'identification et permet ici de valider le modèle. Il est rappelé que seules les données de l'ensemble Data #1 sont utilisées pour l'identification, tandis que les données de l'ensemble Data #2 sont utilisées pour la validation. On peut noter un accord entre les données prédites et mesurées, avec un léger seuil (3 % pour la concentration en AGV, 0,8 % pour la concentration en DCOtotale, et 0,6 % pour le débit de gaz). Par conséquent, le modèle obtenu semble fournir une très bonne prédiction du comportement du système. La Figure 3.5 illustre le débit de gaz mesuré. On peut remarquer que la transformation en composés gazeux dioxyde de carbone (CO_2) et méthane(CH_4) d'une quantité définie du substrat organique se déroule comme suit : (i) sur une période de 45 jours, 50 % du volume total du gaz est produit en 10 jours avec un maximum entre le 10^{ème} et le 20^{ème} jour, (ii) le processus de digestion anaérobie se poursuit du 10^{ème} au 45^{ème} jour. Ce résultat est en accord avec la littérature, qui rapporte que la durée moyenne de la digestion anaérobie varie entre 10 et 15 jours [88].

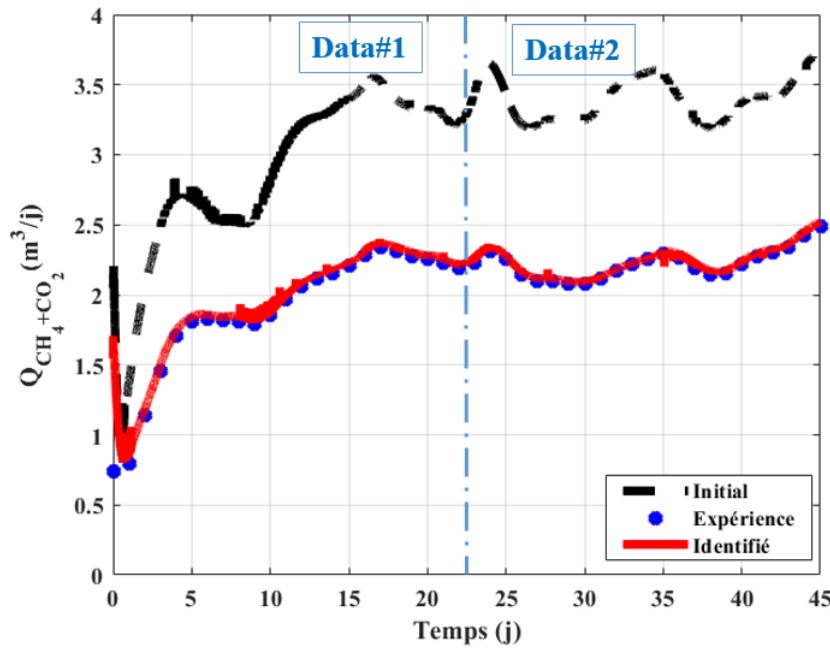


FIGURE 3.5 – Evolution du débit de gaz en fonction du temps

Après 45 jours de méthanisation dans une plage de température de 27 °C à 35 °C (plage mésophile), on relève que le débit de biogaz est compris entre 0,73 m³.j⁻¹ et 2,49 m³.j⁻¹. Sa valeur moyenne était d'environ 2,05 m³.j⁻¹. Dans les travaux à venir, nous envisagerons de faire l'optimisation de cette production de biogaz en contrôlant le profil du taux de dilution.

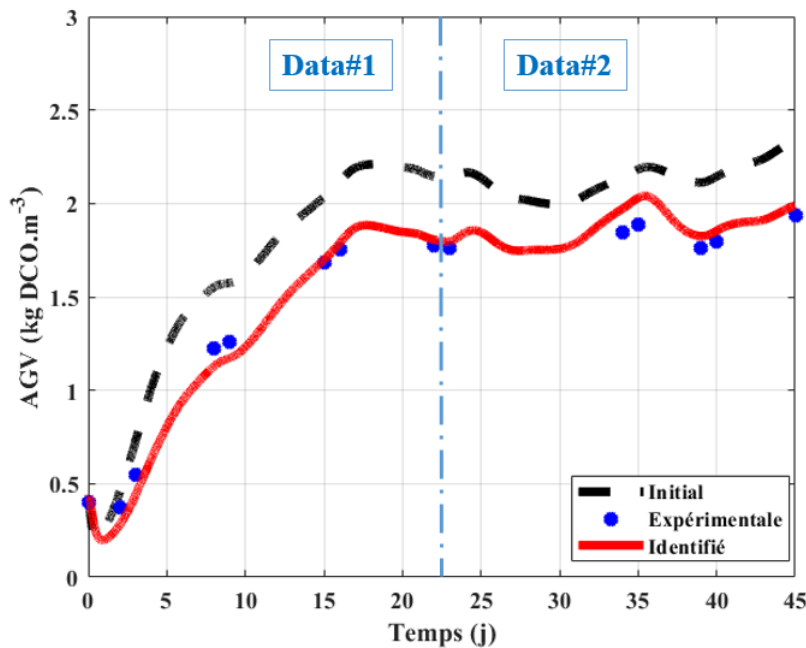


FIGURE 3.6 – Évolution de la concentration d'AGV en fonction du temps

La [Figure 3.6](#), nous montre le profil de la concentration des acides gras volatils (AGV) en fonction du temps.

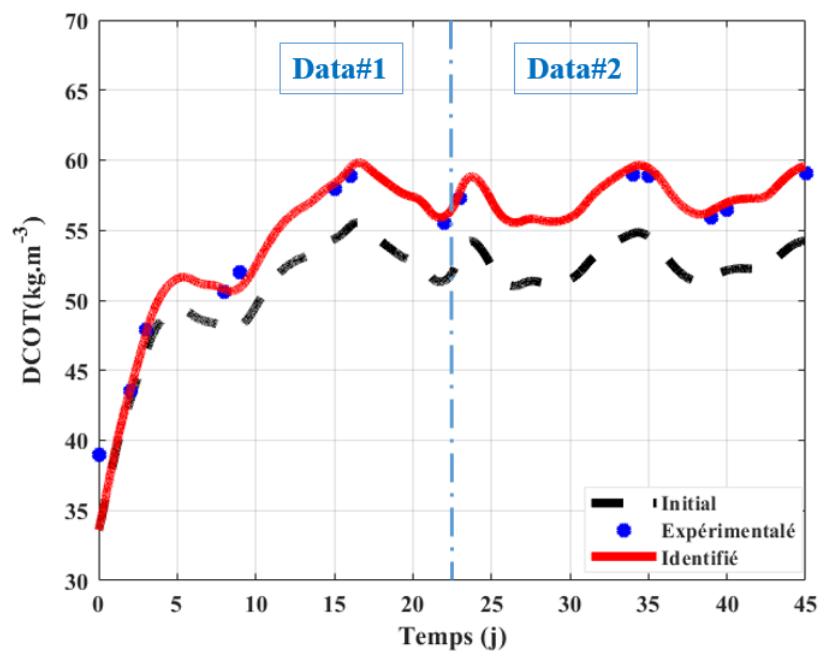


FIGURE 3.7 – Évolution de la concentration de DCO en fonction du temps

La Figure 3.7, nous montre le profil de la concentration de la demande chimique en oxygène totale (DCO) en fonction du temps.

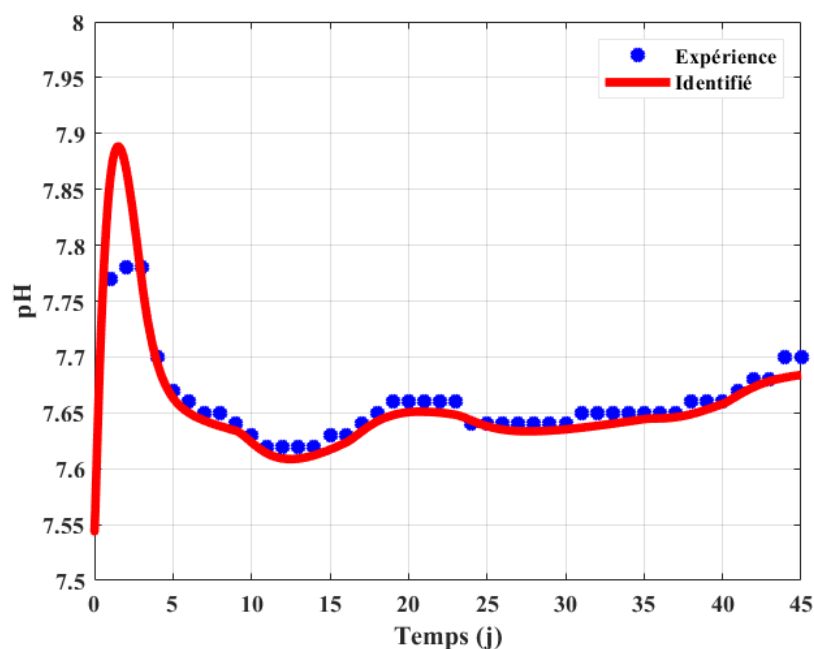


FIGURE 3.8 – Variation de la concentration du pH en fonction du temps

Le profil du potentiel hydrogène (pH) en fonction du temps est donné par la Figure 3.13. Sur la base du modèle réduit, des stratégies d'estimation et de contrôle seront étudiées en fonction du débit de gaz pour surveiller et contrôler la production de biogaz afin d'optimiser le fonctionnement du processus.

3.3 Nouvelle validation expérimentale

Une nouvelle expérimentation a été réalisée sur le digesteur pilote pour tester le modèle ADM1 identifié. Le volume du liquide de notre digesteur expérimental a été varié de $1,5 \text{ m}^3$ à $2,5 \text{ m}^3$. Les paramètres d'entrée du modèle sont celles utilisées dans les sections précédentes et le profil du taux de dilution est donné par la Figure 3.9. Les résultats obtenus sont illustrés par la Figure 3.10 à la Figure 3.13.

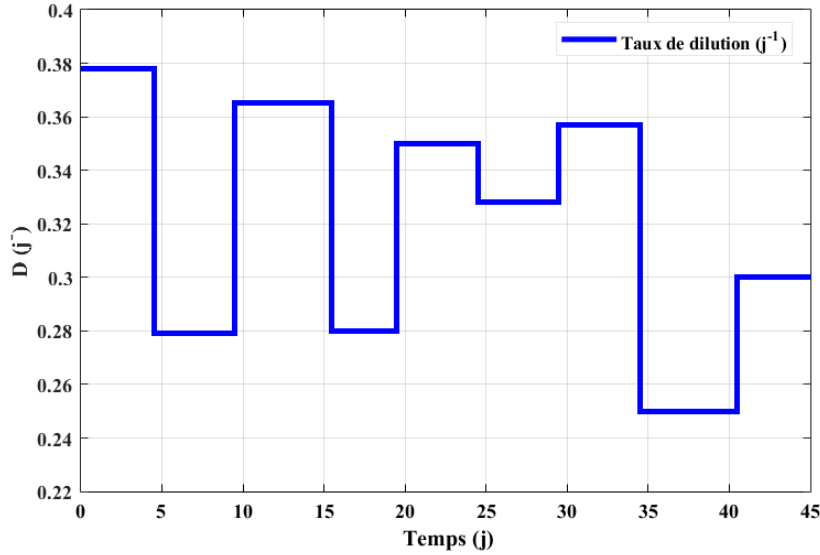


FIGURE 3.9 – Profil du taux de dilution en fonction du temps

Le profil du taux de dilution (D) en fonction du temps est donné par la Figure 3.9.

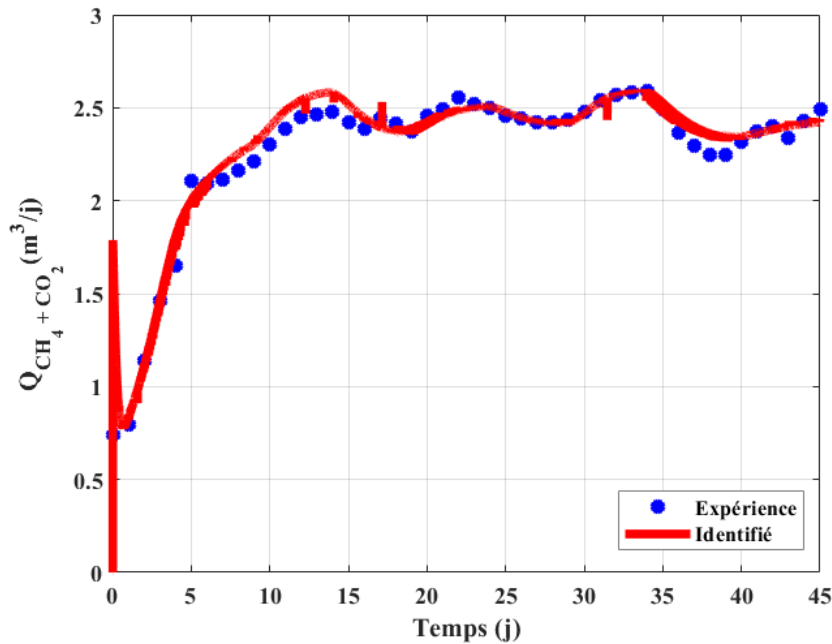


FIGURE 3.10 – Productivité du biogaz en fonction du temps

La Figure 3.10, nous montre le profil de la productivité du biogaz total ($\text{CH}_4 + \text{CO}_2$) en fonction du temps.

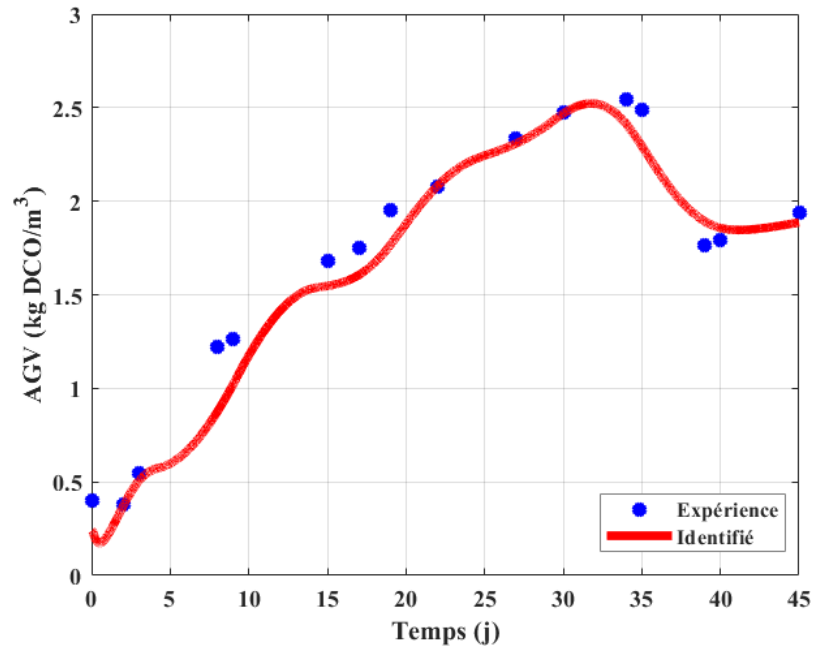


FIGURE 3.11 – Schéma de la concentration des AGV

La Figure 3.11, nous montre le profil de la concentration des acides gras volatils (AGV) en fonction du temps.

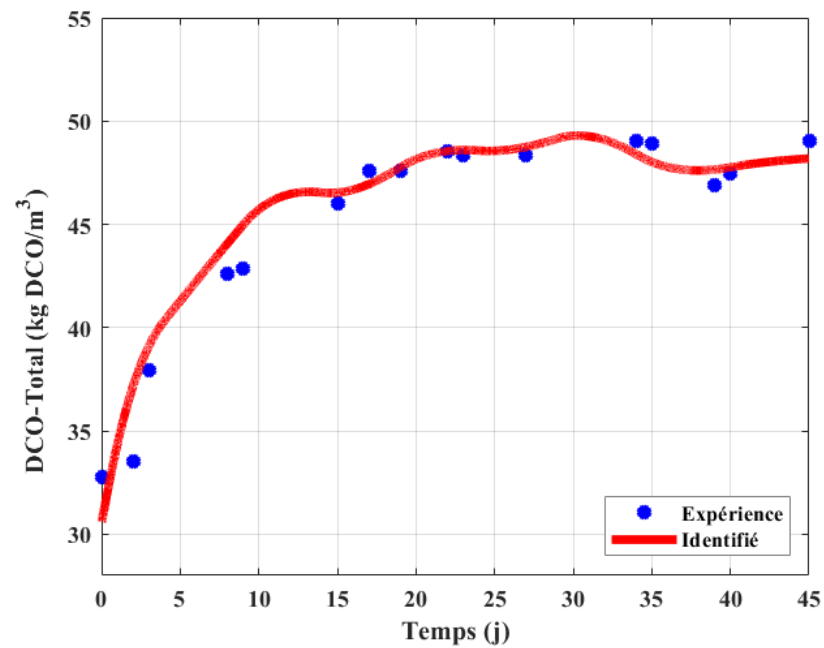


FIGURE 3.12 – Schéma de la concentration des DCO totale

La Figure 3.12, nous montre le profil de la concentration de la demande chimique en oxygène totale (DCO) en fonction du temps.

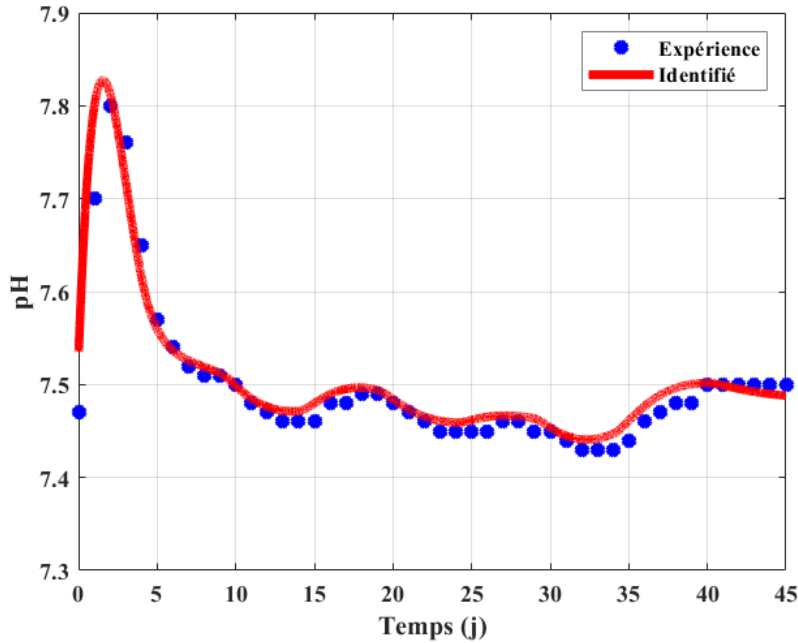


FIGURE 3.13 – Schéma de la variation du pH en fonction du temps

Le profil du potentiel hydrogène (pH) en fonction du temps est donné par la [Figure 3.13](#). En comparant les résultats expérimentaux et ceux obtenus avec le modèle ADM1, on constate que les résultats expérimentaux et ceux prédits sont très proches. Le modèle identifié fournit une très bonne prédiction du comportement du système.

3.4 Conclusion

Dans ce qui précède, la modélisation du procédé pilote a été effectuée via un de simulation modèle de type ADM1. Une procédure d'identification a été proposée, basée sur une analyse de sensibilité des sorties par rapport à la variation des paramètres. Seuls 7 paramètres parmi les 105 paramètres du modèle ADM1 ont été identifiés, tandis que les autres paramètres ont été fixés à leur valeur issue de la littérature. Les données mesurées de la production de biogaz, des concentrations d'AGV, de DCO, du débit de biogaz (Q) et de pH pour les deux expériences ont été comparées à celles prédites par le modèle ADM1, mettant en évidence la performance de ce dernier.

De même le modèle a été testé avec de nouvelles données expérimentales mettant en évidence sa performance pour prédire les concentrations des AGV, de DCO, du débit de biogaz (Q) et du pH.

Il sera, comme indiqué précédemment utilisé par la suite comme modèle de référence pour les développements théoriques lors de la mise en place de capteurs logiciels pour les variables non mesurées. Le modèle ADM1 reste néanmoins complexe et de taille élevée.

Dans le chapitre 4, nous nous attacherons à déterminer un modèle simplifié du digesteur expérimental pilote. Ce modèle simplifié sera le modèle d'étude dans le but de l'utiliser pour la conception des capteurs logiciels.

4 | Modélisation simplifiée du procédé

Sommaire

4.1	Introduction	54
4.2	Choix des réactions et des variables	56
4.3	Modèle simplifié de la digestion anaérobie	57
4.3.1	Association des variables de l'ADM1	57
4.3.2	Modélisation de l'hydrolyse	58
4.3.3	Modélisation mathématique à une étape	58
4.3.4	Modélisation mathématique à deux étapes	60
4.4	Procédure d'identification	62
4.4.1	Modèle à une étape	62
4.4.2	Identification en régime transitoire	64
4.4.3	Modèle à deux étapes	64
4.5	Résultats de l'identification	65
4.5.1	Etape d'hydrolyse	65
4.5.2	Résultats du modèle à une étape	66
4.5.3	Résultats du modèle à deux étapes	67
4.6	Conclusion	68

4.1 Introduction

Comme indiqué dans le chapitre précédent, le modèle ADM1 est complexe, non linéaire, impliquant des équations différentielles ordinaires (EDO) et des équations différentielles algébriques (EDA), avec un nombre élevé d'équations d'état et de paramètres. Ceci rend son utilisation difficile lors de la conception de capteurs logiciels, de l'étude du procédé pour son optimisation et sa commande.

Aussi, il s'avère utile et incontournable de déterminer un modèle simplifié, de taille réduite, en remplacement du modèle ADM1. Il s'agit de réduire le modèle de simulation ADM1 pour obtenir un modèle simple sans pour autant perdre certaines caractéristiques dynamiques du modèle d'origine, et ses performances en terme de représentativité et de prédiction des sorties futures du système. Pour cela il existe différentes méthodes de réduction des modèles dans la littérature [127, 60].

Parmi les modèles réduits proposés, le modèle AM2 [19, 60] propose un compromis entre la complexité d'un modèle et sa correspondance avec l'information expérimentale disponible. Il présente des avantages que nous ne retrouvons pas systématiquement dans les autres méthodes, à savoir : la conservation du sens physique des variables, la structure du bilan matière et donc sa non linéarité.

Les modèles réduits de la littérature ne considèrent en général que la dégradation des substrats avec la production de biogaz ; alors que d'autres modèles plus complexes modélisent, en détail, la dégradation des substrats selon des voies métaboliques d'acidogenèse et de acétogénèse [127]. Une approche couramment utilisée en automatique, consiste à réduire le modèle à partir de techniques de projection avec analyse par composantes principales (ACP) [60, 20]. Cette approche présente l'avantage de garder un sens biochimique aux variables et paramètres du modèle réduit. Des méthodes de réduction sans projection sont cependant très couramment utilisés dans la littérature [127, 60].

Dans [116], les auteurs ont développé une méthode systématique pour la réduction de modèles dynamiques des schémas réactionnels biochimiques à plusieurs étapes dans un digesteur de type *CSTR* (*Continuous Stirred Tank Reactor*). Une autre manière de traiter le problème de la réduction de modèle est d'obtenir un modèle simple, non linéaire et qui conserve parfaitement le sens physique des variables, c'est-à-dire que les variables biologiques ont les mêmes propriétés que celles du modèle ADM1. De par la simplicité du modèle réduit, il sera plus facile à manipuler pour les besoins de l'étude d'estimation et de commande, tout en préservant une structure non linéaire. Afin de faire le lien entre le modèle ADM1 et un modèle simplifié qui garde le sens des variables, on peut avoir recours à une procédure d'association. La procédure d'association est proposée comme une interface simple et systématique entre les variables d'état de l'ADM1 et celles du modèle simple proposé de manière à ce que ce dernier puisse être facilement identifiable à partir de valeurs générées avec le modèle ADM1.

Dans ce chapitre, la détermination d'un modèle simplifié pour le modèle ADM1 sera présentée. Le choix a été fait de mettre en place un modèle simplifié par association de variables. Cela présente l'avantage de mener à un modèle de faible complexité, qui sera utilisé pour les besoins de conception de l'estimation des états et du taux spécifique de croissance qui sera présenté dans le chapitre 5.

Le modèle ADM1 sera considéré et utilisé comme une boîte noire avec les données mesurées : les concentrations dans le flux entrant (Q_{in}), le taux de dilution (D), les concentrations au cours du temps des différents substrats (S) et biomasses (X). Le but est donc de déterminer un modèle réduit et d'identifier ses paramètres pour qu'avec les mêmes entrées que le modèle ADM1, nous obtenons approximativement les mêmes sorties avec les deux modèles (pour un choix défini de variables de sorties). Deux types de modèles simplifiés ont été déterminés dans ce qui suit :

- Modèle à une étape : avec une seule biomasse et un seul substrat, ce modèle très simplifié a été développé pour les besoins de l'étude de la conception d'un estimateur pour le procédé. Il reste limité pour représenter le vrai comportement du procédé de digestion anaérobie.
- Modèle à deux étapes : avec deux biomasses et deux substrats. Ce modèle, couramment rencontré dans la littérature, correspond à un modèle simplifié des étapes d'acidogenèse et de méthanogenèse.

Dans ce qui suit, le choix des variables à associer pour le calibrage et identification des modèles simplifiés sera présenté dans un premier temps, avant de détailler les deux modèles simplifiés qui ont été déterminés pour le procédé étudié, à partir du modèle ADM1 identifié dans le chapitre 3. La procédure d'identification employée sera également présentée.

En effet, malgré la simplification du modèle, il reste néanmoins non linéaire, défini par des équations différentielles ordinaires et les problématiques d'identification restent présentes.

4.2 Choix des réactions et des variables

Le choix du nombre de réactions à considérer et les composants qui interviennent dans ces réactions est capital pour la modélisation. Il se fera en fonction de la connaissance dont on dispose sur le procédé et des mesures qui auront pu être réalisées. Dans la littérature, des procédures de regroupement de variables ont été proposées dans le but de lier et connecter des modèles existants qui ont été développés séparément et qui utilisent différents groupes de variables d'état. Dans le modèle simplifié que nous allons développer, la première modification consiste à inclure l'étape d'hydrolyse qui décrit la dégradation en substances organiques solubles (acides aminés et acides gras volatils) de la matière organique et des composés à grands poids moléculaires tels que les lipides, les polysaccharides et les protéines. Des modèles à une étape ou à trois étapes ont été étudiés par plusieurs chercheurs qui ont présenté une version modifiée de l'ADM1 où l'étape d'hydrolyse a été introduite, faisant apparaître des points d'équilibre positifs [39]. Lorsque la matière organique à convertir en méthane (CH_4) est particulière, l'hydrolyse est souvent reconnue comme l'étape limitante dans le processus global de digestion anaérobie [121]. Dans le modèle ADM1, la désintégration et l'hydrolyse sont décrits comme des processus convertissant les matières organiques particulières sous forme soluble, et dont le modèle est décrit par une cinétique du premier ordre. Les modèles simplifiés déterminés dans cette étude sont développés sur la base d'un bilan de matière. Dans le premier modèle à une étape, l'ensemble des biomasses sont regroupés en une seule biomasse, et on procède de même pour les substrats. Pour le modèle à deux étapes, on considère deux processus et deux populations bactériennes. Dans la première étape d'acidogénèse, la biomasse acidogène consomme le substrat organique et produit les acides gras volatiles AGV et le CO_2 . Dans la deuxième étape de méthanisation, la biomasse méthanogène consomme les AGV et produit du méthane (CH_4) et du dioxyde de carbone (CO_2). Le taux d'hydrolyse peut être modélisé par l'expression 4.1 :

$$\rho_H = k_{\text{hyd}} \times X \quad (4.1)$$

Où k_{hyd} est la constante d'hydrolyse (j^{-1}), X est la concentration du substrat particulière (kg/m^3) et ρ_H est le taux d'hydrolyse du substrat (kg/m^3). Dans la proposition de modification du modèle AM2 proposé dans [61], il a été établie que la variable qui subira l'hydrolyse est représentée par le substrat particulière (X_T), incluant les substrats particuliers relatifs aux matériel composite (X_C), glucides (X_{ch}), protéines (X_{pr}) et lipides (X_{li}). Pour préserver la simplicité du modèle, nous avons fait le choix de ne pas considérer séparément l'hydrolyse de chacun de ces éléments mais de les considérer comme un unique substrat particulière. L'ADM1 a souvent été impliqué dans la procédure d'association, notamment c'est le cas des modèles de boues activées dénommé ASM (*Aerobic Sludge Model*), parmi ceux-ci nous pouvons citer le modèle de [93]. Par ailleurs, beaucoup des chercheurs ont présenté un cadre général pour rendre l'association de variables possible. Leur idée est basée sur des équations algébriques qui constituent des interfaces entre les différents modèles [120]. Afin de pouvoir utiliser les données simulées par l'ADM1 pour étalonner le modèle simplifié nous proposons une procédure établissant une correspondance entre le grand nombre de variables modélisées par le modèle ADM1. En se référant aux modèles déjà existants, la concentration du substrat organique S_1 dans le modèle simplifié correspond aux substrats solubles dans le modèle ADM1. Ils incluent les sucres, les acides aminés, les acides gras particulière (protéines, lipides et glucides) car ils

représentent souvent un pourcentage non négligeable de la $\text{DCO}_{\text{totale}}$ et ne peuvent donc pas être ignorés. Par contre, la concentration du substrat organique S_1 dans le modèle AM2HN correspond aux substrats solubles de l'ADM1. Les composés particuliers du substrat de l'influent sont pris en compte dans la variable de la biomasse X_T du modèle modifié. Par la suite, l'association de variables est la même pour les modèles AM2 et AM2HN. La concentration totale des AGV, y compris les composés solubles (valérique, butyrique, propionique et acide acétique), est représentée par X_2 . Dans AM2 et AM2HN de [61], les différentes populations bactériennes du modèle ADM1 appartiennent à deux familles en particulier, à savoir : S_1 qui est responsable de l'acidogénèse, X_2 qui est responsable de l'Acétogénèse et de la méthanisation. Les micro-organismes responsables de la dégradation des sucres, acides aminés et gras sont groupés dans la première famille tandis que les autres, convertissant l'hydrogène et les acides volatils (AGV) en méthane, appartiennent à la seconde famille des micro-organismes. Ainsi, il a été possible de regrouper les variables d'état du modèle ADM1 en de nouvelles variables qui seront utilisées dans la suite de ces travaux pour la détermination des deux modèles simplifiés, en nous basant sur les approches de la littérature [61].

4.3 Modèle simplifié de la digestion anaérobie

La modélisation du procédé s'appuie sur une démarche classique de bilan de matière [41, 44]. Le digesteur fonctionne en mode continu (le débit de sortie est égal au débit d'entrée, ce qui donne un volume de culture constant). On suppose qu'il est parfaitement agité.

4.3.1 Association des variables de l'ADM1

Dans l'état de l'art, des procédures d'association de variables ont été proposées dans l'objectif d'associer des modèles existants qui ont été développés séparément et qui utilisent différentes variables d'état. Pour pouvoir utiliser les données simulées par l'ADM1 pour étalonner le modèle réduit, nous mettons en place une procédure d'association de variables modélisées par l'ADM1 et les quelques variables en se basant des modèles AM2 ou AM2HN [63].

Une description des correspondances décrites entre les variables est résumée dans le Tableau 4.1.

TABLE 4.1 – Correspondances entre les modèles : AM2, AM2HN et ADM1 [63]

Variables d'état	Modèle	ADM1
X_T (kgDCOm ⁻³)	AM2HN	$X_C + X_{ch} + X_{pr} + X_{li}$
S_1 (kgDCOm ⁻³)	AM2	$S_{su} + S_{aa} + S_{fa} + X_C + X_{ch} + X_{pr} + X_{li}$
S_1 (kgDCOm ⁻³)	AM2HN	$S_{su} + S_{aa} + S_{fa}$
S_2 (kgDCOm ⁻³)	AM2,AM2HN	$S_{va} + S_{bu} + S_{pro} + S_{ac}$
X_1 (kgDCOm ⁻³)	AM2,AM2HN	$X_{su} + X_{aa} + X_{fa}$
X_2 (kgDCOm ⁻³)	AM2,AM2HN	$X_{ac} + X_{h2} + X_{c4} + X_{pro}$

4.3.2 Modélisation de l'hydrolyse

Le modèle a une étape a été étudié par [63] qui a présenté une version modifiée de l'AM2 où l'étape d'hydrolyse a été introduite. Lorsque la matière organique à convertir en méthane est particulaire, l'hydrolyse est souvent reconnue comme l'étape limitante dans le processus global de digestion anaérobie.

Cela est typiquement le cas de la digestion anaérobie des déchets. Dans l'AM2, la désintégration et l'hydrolyse sont décrits comme des processus convertissant les matières organiques particulières sous forme soluble, et dont le taux est décrit par une cinétique du premier ordre [63]. Dans la proposition de modification de l'AM2, la variable qui subira l'hydrolyse est représentée par le substrat particulaire total X_T , incluant les substrats particuliers relatifs aux matériel composite (X_C), glucides (X_{ch}), protéines (X_{pr}) et lipides (X_{li}).

$$\dot{X}_T = -k_{hyd}X_T + (X_{T,in} - X_T) - k_{hyd}X_T \quad (4.2)$$

Où k_{hyd} est la constante d'hydrolyse (j^{-1}), X_T est la concentration du substrat (kgm^{-3}). Pour l'identification de k_{hyd} , un régime permanent est le régime d'un système stable observable après un certain temps, lorsque le régime transitoire est éteint, on a : $\dot{X}_T = 0 \implies k_{hyd} = D \frac{X_{T,in} - X_T}{X_T}$.

Cela permet de déterminer de façon simple, la constante k_{hyd} . La phase d'hydrolyse ne sera pas prise en compte pour simplifier l'étude. Une amélioration de ce modèle devra prendre en considération la phase d'hydrolyse dans le procédé.

4.3.3 Modélisation mathématique à une étape

Dans la présente étude, nous considérons tout d'abord un modèle très simple, où toutes les biomasses (X) sont regroupées en une seule, de même que tous les substrats (S) sont également regroupés. Il faut noter que k_{hyd} , a été identifié dans une étape précédente (4.3.2).

Ce modèle peut être représenté par l'expression 4.3 :

$$\begin{cases} \dot{X} = (\mu - D)X \\ \dot{S} = -K_1\mu X + D(S_{in} - S) \\ \dot{Q} = K_2\mu X \end{cases} \quad (4.3)$$

Où S est la concentration du substrat, X est la concentration de la biomasse, D est le taux de dilution, S_{in} est la concentration de l'alimentation en substrat (supposée constante et positive), μ est le taux spécifique de croissance et les quantités K_1 et K_2 sont des paramètres stœchiométriques (ou rendements) et sont constants. Cette équation décrit la croissance et les changements de la biomasse (X) consommant le substrat approprié (S).

Dans l'équation de la biomasse, le premier terme du côté droit reflète la croissance des bactéries acidogènes et le second terme reflète la dilution par ajout et soutirage du milieu de culture. Dans l'équation de la dynamique du substrat, le premier terme correspond à la consommation du substrat par les bactéries, le deuxième terme correspond à la variation de la concentration suite à son ajout dans le milieu de culture à une concentration S_{in} , ainsi que l'effet de la dilution.

La dernière équation du système de l'équation (4.3) décrit la formation du débit biogaz (Q). Il est supposé proportionnel au taux de croissance. En termes de système, le taux de dilution (D) est l'entrée du système, et la sortie est le débit de biogaz (Q). Le taux spécifique de croissance de la biomasse, μ , est une fonction assez complexe. Il est courant dans la littérature d'approcher ce taux de croissance

spécifique par une fonction empirique de X et S . Les modèles les plus populaires pour la détermination du taux de croissance des micro-organismes sont les trois expressions non linéaires suivantes (respectivement appelées modèles de Monod, Contois et Haldane) [111, 52] :

— **Cinétique de Monod**

Le modèle de croissance de Monod donne une relation entre le taux de croissance d'une population de micro-organismes et la concentration en substrat limitant. Cette équation a été proposée pour la première fois par Jacques Monod. L'équation de Monod est couramment utilisée dans l'ingénierie de l'épuration des eaux usées, notamment pour le calcul du taux de croissance des boues activées dans le traitement des eaux usées et la digestion anaérobie des déchets d'origine animale et végétale. Ce modèle est utilisé le plus souvent dans tous les secteurs de la digestion anaérobie des bioprocédés.

L'équation de Monod décrit le taux spécifique de croissance μ de micro-organismes donnés en fonction de la concentration en substrat (S) limitant cette croissance, elle est exprimée par la formule :

$$\mu = \mu_{\max} \frac{S}{K_S + S} \quad (4.4)$$

Où μ est le taux spécifique de croissance des micro-organismes, $\mu_{\max}$ est le taux de croissance maximale, S est la concentration du substrat limitant la croissance et K_S est la constante de demi-saturation c'est-à-dire la valeur de (S) quand $\mu/\mu_{\max}$ vaut 0,5. Les coefficients $\mu_{\max}$ et K_S sont de nature expérimentale, leurs valeurs sont spécifiques et conditionnelles. En effet, ces valeurs diffèrent selon les espèces de micro-organismes considérés et dépendent également des conditions expérimentales ou ambiantes comme la température, le pH de la solution, des conditions du milieu (aérobie, anaérobie) et de la composition du milieu nutritif utilisé pour la mise en culture des micro-organismes. A l'opposé le taux maximal de croissance peut être considéré comme une caractéristique propre à l'espèce bactérienne, et aura peu tendance à évoluer [90].

— **Cinétique de Haldane**

La cinétique de Haldane modélise l'inhibition par le substrat (S). La cinétique de Haldane est exprimée par la relation 4.5 :

$$\mu = \mu_{\max} \frac{K_I S}{K_I K_S + K_I S + S^2} \quad (4.5)$$

Où S est la concentration du substrat limitant la croissance des micro-organismes considérés, K_S est la constante de demi-saturation, K_I est une constante d'inhibition et $\mu_{\max}$, est le taux de croissance maximum des micro-organismes.

Par rapport à une cinétique de Monod cette équation permet de modéliser en plus le fait qu'une trop grande concentration en substrat inhibe le développement des bactéries. Il y a donc une concentration de substrat optimale pour la croissance des bactéries [8] (qui dépend des paramètres K_S et K_I , à savoir $S_{opt} = \sqrt{K_S K_I}$).

— **Cinétique de Contois**

La cinétique de Contois décrit une culture cellulaire à haute densité où la croissance cellulaire est inhibée lorsque la concentration en biomasse devient trop élevée. Elle modélise à la fois la limitation par le substrat et la compétition entre les cellules. La cinétique de Contois est exprimée par l'expression 4.6 :

$$\mu = \mu_{\max} \frac{S}{K_m X + S} \quad (4.6)$$

Dans cette équation, X représente la concentration cellulaire, S représente la concentration du substrat, $\mu_{\max}$ est le taux de croissance maximal des micro-organismes et K_m est la constante de saturation de Contois [28].

Dans cette étude, des modèles de croissance utilisant des cinétiques de type Monod et Haldane ont été retenus. Les conditions opératoires et les mesures obtenues laissent indiquer qu'il existe principalement un effet limitant et/ou inhibant du substrat. Le système est donc modélisé par les équations 4.3 et 4.4. Les paramètres du modèle, à savoir K_1 , K_2 , $\mu_{\max}$ et K_S , seront identifiés afin d'obtenir le meilleur ajustement aux données de la digestion anaérobie. Une modélisation avec une cinétique de type Haldane n'a pas abouti à des résultats probants et devra être consolidée.

Les résultats associés ne sont pas présentés dans ce qui suit.

4.3.4 Modélisation mathématique à deux étapes

Comme indiqué, le modèle à une étape reste limité pour représenter un procédé de digestion anaérobie. Le modèle de digestion anaérobie à deux étapes sont largement utilisés pour la supervision des procédés en ligne (commande, contrôle). Différentes études considèrent ce modèle dans la littérature. A titre d'exemple, Hess et Bernard [64] ont proposé de caractériser et d'évaluer la taille du bassin d'attraction de l'équilibre opérationnel d'un modèle réduit à partir du modèle original AM2 à deux étapes [19].

Des analyses de stabilité locale de quelques modèles de digestion anaérobie ont été faites dans l'état de l'art, par exemple par Ivan S. Simeonov et Sette Diop [112]. Ils ont étudié dans un premier temps un modèle simple à une seule étape en considérant à chaque fois une des cinétiques (Monod, Contois ou Haldane). Pour la suite de leurs travaux, Ivan S. Simeonov et Sette Diop ont considéré aussi un modèle de digestion anaérobie en dimension quatre (deux étapes de réactions biologiques), dont ils analysent les équilibres et la stabilité en considérant une cinétique de type Monod pour l'étape méthanogène.

Dans la même logique, l'auteur [126] a introduit dans un modèle de digestion anaérobie à deux étapes (quatre variables), une nouvelle variable modélisant un système, qui pourrait inhiber la croissance des bactéries acidogènes et qui est dégradée par les bactéries méthanogènes. Pour notre cas précis, nous considérons le cas d'un modèle à deux étapes.

Les processus de digestion anaérobie peuvent être divisés en quatre phases à savoir :

- l'hydrolyse des composés non dissous de masse moléculaire élevé (protéines, sucres, graisses) en composés solubles de faible masse moléculaire (monosaccharides, acides aminés, acides gras à longue chaîne, glycérol) ;
- l'acidogénèse, fermentation de composés de faible masse moléculaire issus de l'étape précédente en AGV (propionate, butyrate, acétate), hydrogène et dioxyde de carbone ;
- l'acétogènes, transforme l'AGV en acétate, hydrogène et dioxyde de carbone ;
- et la méthanogénèse, transformation de l'acétate en méthane et en dioxyde de carbone et les méthanogènes hydrogénotrophes (production de méthane à partir d'hydrogène et de dioxyde de carbone).

Le modèle retenu considère deux processus et deux populations bactériennes :

- Dans la première étape d'acidogénèse, la biomasse acidogènes (X_1) consomme le substrat organique (S_1) et produit les acides gras volatils (AGV) et le dioxyde de carbone (CO_2).

- Dans la deuxième étape de méthanisation, la biomasse méthanogène (X_2) consomme les acides gras volatils (AGV) et produit du méthane (CH_4) et du dioxyde de carbone (CO_2).

A partir d'un bilan de matière dans le cas d'un réacteur parfaitement agité, on aboutit aux équations 4.7 [41, 30] :

$$\begin{cases} \dot{X}_1 = (\mu_1 - D)X_1 \\ \dot{S}_1 = -K_1\mu_1X_1 + D(S_{\text{in}1} - S_1) \\ \dot{X}_2 = (\mu_2 - D)X_2 \\ \dot{S}_2 = -K_3\mu_2X_2 + K_1\mu_1X_1 + D(S_{\text{in}2} - S_2) \\ Q = K_2\mu_2X_2 \end{cases} \quad (4.7)$$

Dans ce modèle, la première équation décrit la croissance et les changements des bactéries acidogènes (X_1 , kg/m^3), en consommant le substrat approprié (S_1), où le premier terme dans le côté droit reflète la croissance des bactéries acidogènes et le second reflète l'effet de la dilution. Le bilan massique du substrat S_1 est décrit par la deuxième équation, où le premier terme reflète la consommation par les bactéries acidogènes, et le deuxième terme reflète la variation de la concentration de S_1 par apport via une alimentation avec une concentration ($S_{\text{in}1}$) et le taux de dilution (D). De façon similaire, la troisième équation décrit la croissance et les changements des bactéries (méthanogènes) productrices de méthane, avec une concentration (X_2 , kg/m^3), consommant de l'acétate, avec une concentration (S_2 , kg/m^3), où le premier terme du côté droit reflète la croissance des bactéries méthanogènes et le second terme reflète la dilution. L'équation du bilan massique de l'acide gras volatil (AGV) comporte quatre termes dans sa partie droite. Le premier terme reflète la consommation d'l'acide gras volatil (AGV) par les bactéries méthanogènes, la seconde est l'acide gras volatil (AGV) formé à la suite des bactéries acidogènes, la troisième est l'ajout direct d'acétate, avec une concentration ($S_{\text{in}2}$, kg/m^3), et la dernière est l'effet de la dilution (D).

Dans les équations (4.7), D (j^{-1}) est le taux de dilution pour les matières organiques solubles d'entrée avec les concentrations ($S_{\text{in}1,2}$, kg/m^3), $K(i=1\dots3)$ sont les paramètres stœchiométriques, Q est le débit de biogaz total ($\text{CH}_4 + \text{CO}_2$).

Le taux de croissance spécifique des bactéries acidogènes (μ_1 , j^{-1}), et le taux de croissance spécifique des bactéries méthanogènes (μ_2 , j^{-1}), sont décrits par des structures de type Monod [19] :

$$\mu_1 = \mu_{1\text{max}} \frac{S_1}{K_{S1} + S_1} \quad \text{et} \quad \mu_2 = \mu_{2\text{max}} \frac{S_2}{K_{S2} + S_2} \quad (4.8)$$

Où $X_{1,2}$ (kg/m^3) et $S_{1,2}$ (kg/m^3) et $\mu_{1,2}$ (j^{-1}) sont les concentrations en bactéries, les concentrations en substrats associés et les taux spécifiques de croissance des bactéries respectivement. Q (m^3/j^{-1}) est le débit de biogaz. Les indices 1 et 2 représentent respectivement les phases acidogène et méthanogène. $\mu_{1,2\text{max}}$ (j^{-1}) sont les taux spécifiques des croissances maximums, $K_{S1,2}$ (kg/m^3) sont les constantes de demi-saturation. Similairement au cas du modèle à une étape, les paramètres du modèle à deux étapes, donné par (4.8) sont identifiés à partir des données du modèle ADM1.

La prise en compte de cinétique de type Haldane est à réaliser en perspective de ce travail.

4.4 Procédure d'identification

Supposons qu'un certain nombre de variables d'état d'un modèle soient disponibles à la mesure ; sur la base de la structure du modèle (sous réserve d'identifiabilité structurelle) ou sur la base du type et de la qualité des données disponibles (sous réserve d'identifiabilité pratique), on peut s'attendre à pouvoir attribuer une valeur unique à chaque paramètre du modèle en passant par l'estimation des paramètres. Rappelons que l'identification se base sur trois éléments :

- un ensemble de données ;
- un ensemble de modèles candidats, c'est-à-dire, une classe de modèles ;
- un algorithme d'identification qui permet d'obtenir le meilleur modèle dans une classe à partir des données disponibles.

Aussi, la qualité du modèle identifié dépend du choix de chacun de ces éléments. Ces aspects ont été nécessaires pour le calibrage du modèle ADM1 (présenté au chapitre 3). Ils seront également étudiés et pris en compte dans l'identification et le calibrage du modèle simplifié.

Par ailleurs, vu la complexité du système et les problèmes d'identification en pratique, nous avons procédé à des identifications en plusieurs étapes. L'idée est d'essayer d'utiliser des régressions linéaires si possible (car plus simples à mettre en œuvre et ne nécessitant pas d'algorithme d'optimisation, ni d'initialisation de ces algorithmes), et d'identifier le reste des paramètres par des procédures classiques via la résolution de problèmes de moindres carrés non linéaires.

4.4.1 Modèle à une étape

4.4.1.1 Identification en régime permanent

Les modèles mathématiques servant à simuler le comportement d'un système représentent un outil puissant pour faire la conception d'une nouvelle installation ou prédire le comportement d'un dispositif de digestion anaérobie existant. Cependant, ces modèles ne fournissent aucune information sur un système particulier sans un algorithme pour les solutionner. De nos jours, il existe de nombreux algorithmes d'intégration capables de calculer la solution d'un modèle avec une très grande précision. Il existe des approches qui nous permettent de réduire les temps de calcul, à savoir l'utilisation de matériel informatique plus puissant ou le développement de logiciels et algorithmes plus performants.

Le but de cette thèse est de proposer une autre voie qui consistera à la simplification du modèle sur la base des valeurs propres.

Outre cette partie de cette thèse s'attaque à un cas particulier de la simulation (le calcul du régime permanent). Ce calcul peut être réalisé par des algorithmes performants ne recherchant que les valeurs des variables d'état mettant à zéro les équations différentielles. Ces algorithmes sont cependant peu fiables puisque toute solution mathématique est jugée valide, peu importe la réalité physique. La solution proposée est l'injection de connaissance sous forme de bornes aux valeurs que peuvent prendre les variables d'état.

On peut déterminer les paramètres du modèle à une étape via les données du modèle ADM1 en régime permanent [19]. Cela présente l'avantage d'aboutir à un modèle équivalent (en régime permanent) linéaire en identifiant les paramètres inconnus. Une procédure de type moindres carrés linéaires pourra être alors utilisée. Cette approche sera détaillée dans cette section.

Un régime permanent est le régime d'équilibre observable après un certain temps. Pour obtenir le point d'équilibre d'un système, on cherche les points où la dérivée

de ses variables d'état s'annule, c'est-à-dire où la fonction correspondante est une constante en régime permanent. Un état d'équilibre constant est obtenu uniquement si le système est stable.

Du système d'équations (4.3), nous obtenons les expressions suivantes :

$$\frac{dX}{dt} = (\mu - D)X \quad (4.9)$$

$$\frac{dS}{dt} = D(S_{\text{in}} - S) - K_1\mu X \quad (4.10)$$

Les régimes permanents également appelés états stationnaires ou positions d'équilibre sont caractérisés par les expressions ci-dessous :

$$0 = (\mu - D)X \quad (4.11)$$

$$0 = D(S_{\text{in}} - S) - K_1\mu X \quad (4.12)$$

Dans un premier temps nous utilisons le taux de croissance en fonction du substrat d'une population bactérienne régit par une cinétique de Monod. Nous pouvons voir qu'il existe deux cas possibles :

- **Cas 1** : à l'état stationnaire $X_e = 0$ correspond, en utilisant la première équation, l'état $S_e = S_{\text{in}}$. Le régime permanent correspondant est le lessivage de la culture ($S_e = S_{\text{in}}$, $X_e = 0$). Cette configuration n'est pas intéressante dans notre cas.
- **Cas 2** : l'équation $\mu = D$ a une solution S_e qui pourra vérifier la propriété $S_e \leq S_{\text{in}}$, ce second cas qui sera retenu.

Dans le second cas, le système d'équation (4.3) conduit à l'expression 4.13 :

$$D_e = \mu_{\text{max}} \frac{S_e}{K_{S_e} + S_e} \quad (4.13)$$

En divisant les deux membres de cette équation par le taux de dilution (D_e) on obtient l'expression 4.14 :

$$1 = \mu_{\text{max}} \frac{S_e}{D_e(K_S + S_e)} \quad (4.14)$$

Nous obtenons alors le modèle mathématique 4.15 :

$$\frac{1}{D_e} = \frac{1}{\mu_{\text{max}}} + K_S \frac{1}{\mu_{\text{max}}} \times \frac{1}{S_e} \quad (4.15)$$

Nous pouvons noter que nous obtenons un modèle linéaire (en considérant l'inverse des variables). Nous pourrions alors utiliser une procédure de moindres carrés linéaires (ici une simple régression linéaire).

Dans le cas d'un taux spécifique de croissance des micro-organismes décrit par une cinétique de Haldane, on procède de la même manière. On obtient alors dans ce cas la relation 4.16 :

$$\frac{1}{D_e} = \frac{1}{\mu_{\text{max}}} + K_S \frac{1}{K_I \mu_{\text{max}}} \times \frac{1}{S_e} + \frac{1}{\mu_{\text{max}}} \times S_e \quad (4.16)$$

L'approche d'identification en régime permanent est limitée en pratique. En effet, étant donné que notre procédé nécessite une durée longue pour atteindre le régime permanent, cette approche nécessiterait une durée d'expérimentation plus long (en perspective, dans le cas des nouvelles expériences sur le procédé pilote).

Aussi, il semble plus approprié, dans notre cas, de mettre en place une procédure d'identification à partir de l'évolution dynamique du système (c'est-à-dire en régime transitoire).

4.4.2 Identification en régime transitoire

Un régime transitoire est un régime d'évolution d'un système qui n'a pas encore atteint un état stable. Dans le cadre de notre étude, nous avons utilisé le régime transitoire pour identifier les paramètres d'un système dynamique de la digestion anaérobie à une et à deux biomasses.

Nous retrouvons ici la procédure déjà employée lors de l'identification des paramètres du modèle ADM1 présentée dans le chapitre 3. Ainsi, un problème de type moindres carrés non linéaires est résolu pour déterminer les paramètres du modèle. Plus spécifiquement, sur la base des mesures disponibles du débit de biogaz (Q), du taux de dilution (D), des concentrations de substrat (S) et de biomasse (X), les paramètres du modèle sont ajustés de manière à ce que les données expérimentales (issues du modèle ADM1) soient aussi proches que possible des valeurs prédites par le modèle. Rappelons que la correspondance entre les états d'entrée et de sortie est non linéaire.

Ainsi, les paramètres ($\mu_{\max}$, K_S , K_1 et K_2) seront identifiés à partir des données mesurées. Les paramètres du modèle à identifier sont ensuite déterminés en résolvant un problème d'optimisation 4.17 :

$$J = \|y - y_p\|_{F_n}^2 \quad (4.17)$$

Où y est un vecteur des valeurs mesurées des concentrations de biomasse et de substrat et du débit de biogaz, respectivement ; y_p est un vecteur contenant les valeurs prédites de ces variables.

La matrice F_n est une matrice de normalisation. Des contraintes connexes pourraient être ajoutées à ce problème d'optimisation, par exemple pour forcer chaque composante Θ à être positive [12].

Nous avons utilisé les données du modèle ADM1 dont les paramètres ont été identifiés à partir des données expérimentales comme mentionné précédemment. Dans ce qui suit, pour l'identification des paramètres, quatre paramètres $\mu_{\max}$, K_S , K_1 et K_2 , sont identifiés par la méthode des moindres carrés. Cependant, la résolution de ce problème s'est avérée difficile. Afin d'améliorer les performances de la procédure d'identification, une analyse du modèle (4.17) permet de noter que K_2 intervient linéairement vis à vis $Q/\mu X$.

Pour faire l'identification nous avons procédé en deux étapes :

- **Étape 1** : les paramètres $\mu_{\max}$, K_S , K_1 et K_2 sont identifiés par la méthode des moindres carrés non linéaires, à partir des concentrations de S et X .
- **Étape 2** : ensuite, le paramètre K_2 est identifié à partir du débit de biogaz (Q) avec la méthode des moindres carrés linéaires (pour les paramètres $\mu_{\max}$, K_S et K_1 identifiés à l'étape 1), S et X ont été obtenus avec ces paramètres.

4.4.3 Modèle à deux étapes

Une procédure de type moindres carrés non linéaires, est employée pour déterminer les paramètres du modèle des équations 4.7 et 4.7, et cela à partir des mesures des concentrations de biomasse, substrats et du débit en biogaz, similairement à la procédure pour le modèle à une étape. De la même manière que le modèle à une étape, l'optimisation des paramètres a été effectuée à partir un modèle ADM1 en associant les variables d'états des concentrations du substrat (S_1 et S_2) et des concentrations : acidogène (X_1) et méthanogène (X_2). La procédure d'identification a été proposée, a été mise en place. Pour faire l'identification du modèle simple nous avons procédé deux étapes :

- **Etape 1 :** les paramètres $\mu_{\max 1}$, $\mu_{\max 2}$, K_{S1} , K_{S2} , K_1 et K_3 sont identifiés par la méthode des moindres carrés non linéaires, à partir des concentrations : substrat (S_1 et S_2), acidogène (X_1) et méthanogène (X_2).
- **Etape 2 :** le paramètre K_2 est identifié à partir du débit de biogaz (Q) avec la méthode des moindres carrés linéaires (pour les paramètres $\mu_{\max 1}$, $\mu_{\max 2}$, K_{S1} , K_{S2} , K_1 et K_3 identifiés par à l'étape 1) permettent de déterminer S_1 , S_2 , X_1 et X_2 .

4.5 Résultats de l'identification

Les procédures d'identification présentées précédemment ont été mises en place pour le système étudié, à partir des données issues du modèle ADM1 déterminé au chapitre précédent. Une méthode d'optimisation de type Levenberg-Marquardt a été utilisée (*lsqnonlin* de Matlab) pour la résolution du problème d'optimisation, avec une initialisation aléatoire (autour des valeurs issues de la littérature). Les résultats obtenus sont donnés dans les sections suivantes.

4.5.1 Etape d'hydrolyse

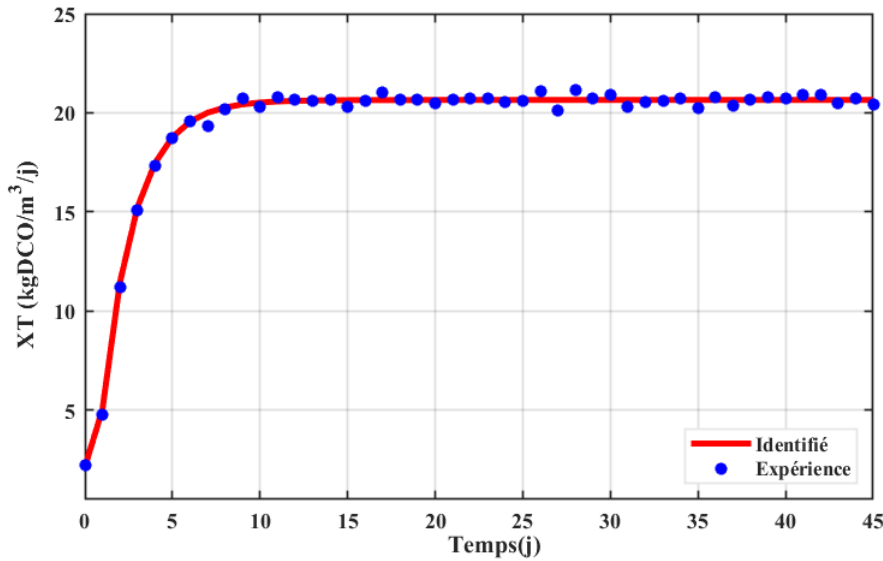


FIGURE 4.1 – Concentration de (X_T) en kg/m^3

Où X_T est la concentration du substrat particulaire total (kg/m^3). L'identification de la constante d'hydrolyse (K_{hyd}), a été réalisée avec la méthode de moindres carrés linéaires avec des données en régime permanent. La Comparaison entre le X_T obtenu à parti du modèle ADM1 et celui obtenu avec le modèle réduit sont très similaire.

La Figure 4.1 donne les résultats obtenus avec le modèle ADM1 à celui du modèle identifié avec K_{hyd} égal à $0,37 \text{ j}^{-1}$. Il a été déterminé à partir d'une identification pour différentes simulations, pour différents taux de dilution, et en considérant uniquement les valeurs obtenues au régime permanent.

4.5.2 Résultats du modèle à une étape

La procédure présentée à la section 4.4.3 a été mise en œuvre. Les résultats sont donnés dans le tableau 4.2. Ici, l'hydrolyse a été négligée ($K_{\text{hyd}} = 0$). La prise en compte de l'hydrolyse donne des résultats similaires. La Figure 4.2 compare les résultats des concentrations de la biomasse (X), du substrat (S), du débit de gaz, à ceux obtenus avec le modèle identifié, pour valider les performances du modèle simplifié.

TABLE 4.2 – Identification des paramètres (sans modélisation de l'hydrolyse).

Paramètres	Valeurs identifiées	Unité
$\mu_{\max}$	0,21	j^{-1}
K_S	3,53	kg/m^3
K_1	6,13	kg/m^3
K_2	5,25	kg/m^3

Les paramètres $\mu_{\max}$ ($0,21\text{j}^{-1}$), K_S ($3,53 \text{ kg}/\text{m}^3$), K_1 ($6,13 \text{ kg}/\text{m}^3$) sont identifiés à partir des mesures de S et X avec la méthode de moindres carrés non linéaires. Tandis que le paramètre K_2 ($5,25 \text{ kg}/\text{m}^3$) est identifié à partir de la mesure de Q , avec la méthode des moindres carrés linéaires.

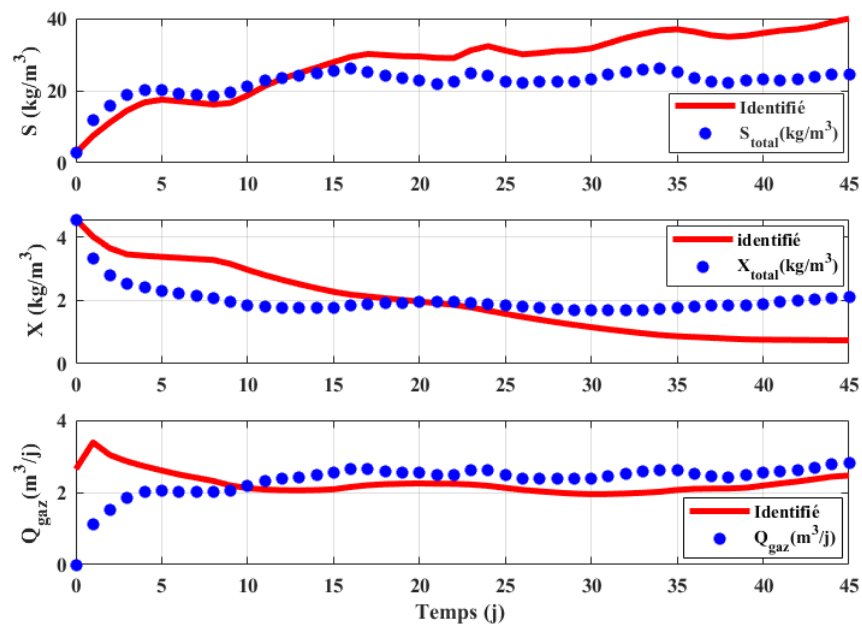
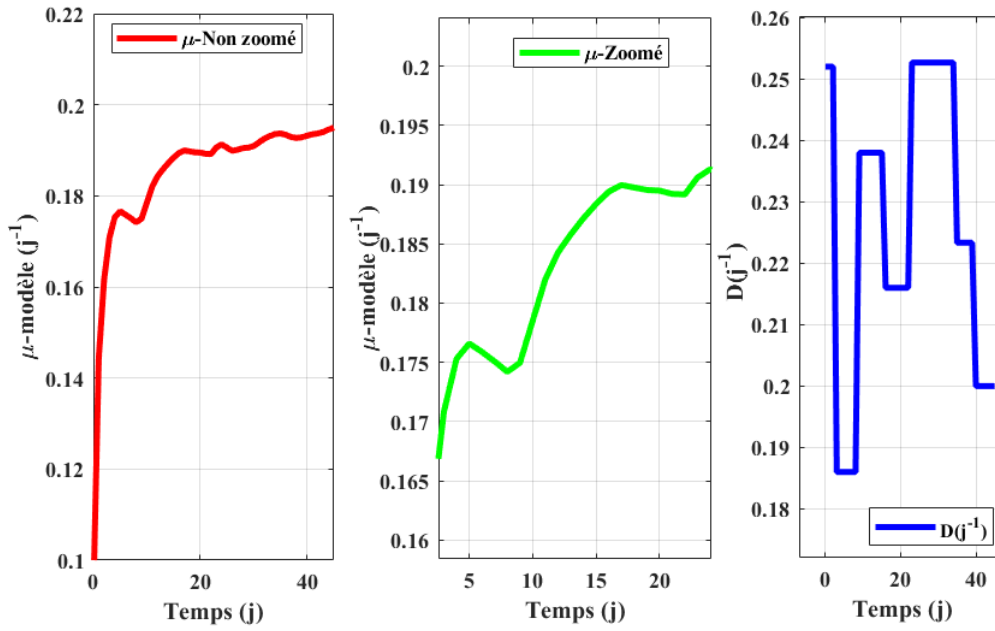


FIGURE 4.2 – Modélisation des concentrations de X , S et du débit de biogaz (Q)

FIGURE 4.3 – Taux spécifique de croissance μ non zoomé et zoomé.

La Figure 4.3 compare le résultat de l'identification de μ , en lien avec le taux de dilution. On constate l'effet de la variation par morceaux du taux de dilution (D) par rapport aux deux courbes du taux spécifique de croissance. On observe bien que le taux de dilution (D) a un effet sur le taux spécifique de croissance.

4.5.3 Résultats du modèle à deux étapes

Le modèle à deux étapes est identifié selon la procédure présentée précédemment. Les valeurs obtenues pour les coefficients du modèle sont résumées dans le tableau 4.3. L'hydrolyse a été négligée ici.

TABLE 4.3 – Identification des paramètres du modèle à deux étapes (sans modélisation de l'hydrolyse)

Paramètres	Valeurs identifiées	Unité
$\mu_{1\max}$	0,29	j^{-1}
$\mu_{2\max}$	0,63	j^{-1}
K_{S1}	10,63	kg/m^3
K_{S2}	3,42	$mmol/m^3$
K_I	5,56	$mmol/m^3$
K_1	11,78	kg/m^3
K_2	5,35	kg/m^3
K_3	14,22	kg/m^3

Les paramètres $\mu_{1\max}$, $\mu_{2\max}$, K_{S1} , K_{S2} , K_I , K_1 , K_2 et K_3 sont déterminés par la méthode d'identification de type moindres carrés non linéaires.

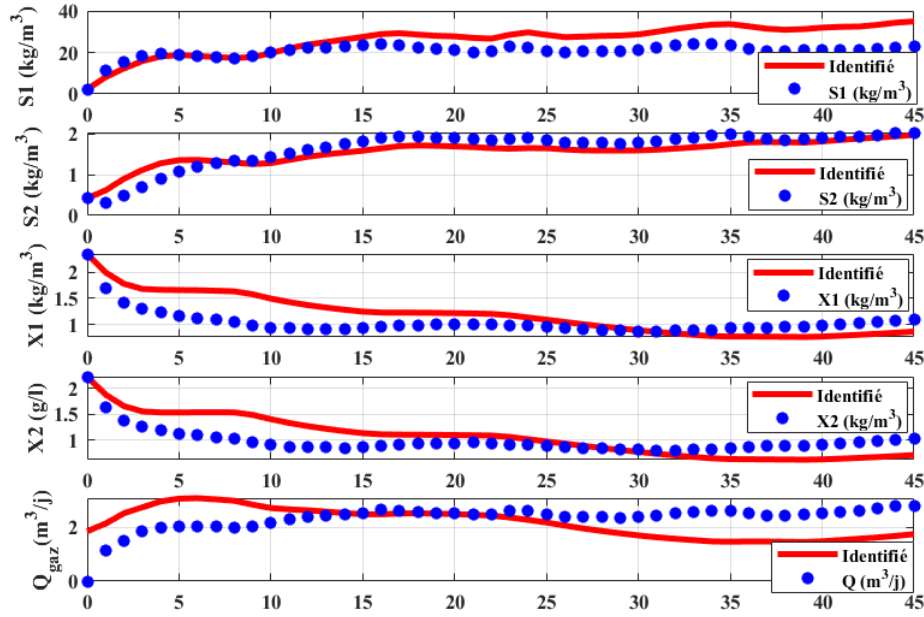


FIGURE 4.4 – Concentrations : substrat (S_1 et S_2), acidogène (X_1), méthanogène (X_2) et du débit de biogaz total ($CH_4 + CO_2$).

La Figure 4.4 montre le profil des concentrations : substrat (S_1 et S_2), acidogènes (X_1), méthanogènes (X_2) et du débit de biogaz total sans modélisation de l'hydrolyse (X_T). Même si les allures sont cohérentes, l'identification doit être améliorée. On note un bon suivi globalement sur les concentrations de substrat, alors que le résultat est moins bon pour la biomasse. Cela a un impact sur le débit de biogaz, puisque l'identification dépend des valeurs de la concentration en biomasse.

4.6 Conclusion

Dans ce chapitre, la mise en place d'un modèle simplifié pour reproduire le comportement du modèle ADM1 a été entreprise. Deux types de modèles ont été retenus. Un premier modèle, dit à une étape, qui considère une seule biomasse et un seul substrat et utilise une cinétique de croissance de type Monod. Le deuxième modèle, dit à deux étapes, considère deux biomasses et deux substrats et utilise également des cinétiques de type Monod pour les deux taux des croissances spécifiques. Les paramètres des deux modèles ont été identifiés à partir des données issues du modèle ADM1. Les résultats obtenus sont encourageants puisque les nouveaux modèles reproduisent le comportement du modèle ADM1. Cependant, ils sont à améliorer car les écarts restent importants dans certains cas. Il s'agit notamment d'intégrer l'hydrolyse et la mortalité des bactéries d'une part, et de considérer une cinétique modélisant l'inhibition d'autre part.

Ce premier travail de modélisation simplifiée présenté dans ce chapitre avait pour but de disposer d'un modèle simplifié pour les besoins de la mise en place des capteurs logiciels. Cependant, les développements finalement suivis (détaillés dans le chapitre 5) n'utilisent pas les paramètres identifiés pour ce modèle simplifié. L'amélioration de ce modèle constitue une perspective de cette étude, s'il s'avère nécessaire de disposer d'un modèle de ce type dans le futur.

5 | Estimation

Sommaire

5.1	Motivation	69
5.2	Estimation du taux spécifique de croissance	71
5.2.1	Introduction [11]	71
5.2.2	Modèle du processus de digestion anaérobie	72
5.2.3	Résultats de l'estimation	76
5.3	Conclusion	77

5.1 Motivation

La digestion anaérobie est largement utilisée pour le traitement des eaux usées industrielles et domestiques, et constitue une source d'énergie renouvelable à travers la production de biogaz. Afin d'optimiser le fonctionnement de ce processus, des stratégies de contrôle avancées doivent être développées. Néanmoins, une difficulté majeure est le manque de capteurs fiables et bon marché pour la surveillance et le contrôle en ligne du processus. Pour mettre fin au manque des capteurs, ce travail vise à développer des capteurs logiciels qui estiment les variables du processus, en se basant sur les données disponibles en ligne via des mesures issues de capteurs. En effet, la qualité de la conduite d'un procédé industriel est étroitement liée au nombre et à la qualité des variables d'états disponibles (les mesures en ligne par exemple). Un moyen de surmonter cet obstacle consiste donc à faire appel à la théorie des observateurs pour l'estimation des états et des paramètres non accessibles (ou difficilement accessibles) à la mesure. C'est pour cela que l'observabilité et la synthèse d'observateurs est un des thèmes importants de la théorie du contrôle. Les modèles dynamiques sont décrits par des équations différentielles ordinaires qui peuvent être considérées comme des représentations d'états, dans lesquelles les états ne sont pas tous mesurés et les paramètres ne sont pas également connus dans l'ensemble. A travers quelques mesures en ligne, il s'agit de faire une analyse qualitative permettant d'aboutir, à base du modèle considéré et des mesures disponibles, à des algorithmes (estimateurs d'état) pouvant reconstruire les variables non mesurées en ligne. On obtient alors un système augmenté des états et paramètres inconnus, appelé système étendu. La notion d'observabilité et la structure de l'estimation sont données en annexe C.

Dans le cas du procédé de digestion anaérobie, la majorité des digesteurs sont équipés de capteurs en ligne mesurant des variables biochimiques tel que pH, débit de gaz, alcalinité, et des capteurs plus modernes mesurant les AGV [26]. Aussi, l'enjeu majeur dans le cas de la digestion anaérobie est de pouvoir estimer, en temps réel, les variables non mesurées telles que les concentrations de biomasse et de

substrat, à partir de mesures simples (pH, température, débit de gaz). Différentes approches sont proposées dans la littérature.

On peut citer :

- En général, des stratégies d'estimation dites classiques, utilisant les approches de l'Automatique tels que [125, 67, 128] : le filtre de Kalman (y compris UKF), l'observateur à grand gain, les observateurs par intervalles, les observateurs asymptotiques, Leurs performances dépendent fortement en générale de la qualité du modèle. Aussi, la robustification de ce type de stratégie est généralement considéré.
- Les approches basées sur les données (*data-driven*) et par apprentissage, tel que les réseaux de neurones et les SVM [128, 72]. Elles présentent l'avantage d'être plus robustes vis-à-vis du modèle (dans certains cas elles sont indépendantes du modèle), mais supposent une bonne qualité et richesse de mesures.

La difficulté dans le cas d'un bioprocédé est la nature incertaine et complexe de son modèle, notamment le taux spécifique de croissance. Aussi, l'estimateur se doit d'être robuste vis-à-vis des incertitudes sur le modèle de la cinétique. Parmi les approches possibles, celle fréquemment utilisée est l'approche par observateur asymptotique [41]. Cet observateur permet, via un changement de variable, de se libérer de la connaissance du taux spécifique de croissance. Cet observateur est rappelé dans la section de ce chapitre.

Une autre possibilité serait d'estimer, en ligne, ce taux spécifique, avec un observateur à grand gain par exemple, selon une démarche adaptative [43]. Une autre possibilité pour estimer le taux spécifique de croissance est d'utiliser l'approche algébrique différentielle qui a déjà démontré ses performances dans le cas de procédé de digestion anaérobie [28, 39].

L'approche algébrique différentielle des problèmes d'observation remonte à la fin des années 1980 et au début des années 1990 avec les travaux de [100, 40]. La partie essentielle de cette approche, telle qu'expliquée pour la première fois dans [57], est qu'une quantité, dite Z , d'un système est observable par rapport à une autre, dite W (qui est supposée être disponible dans un certain intervalle de temps), si chaque composante de Z est une solution d'une équation algébrique (non différentielle) dont les coefficients dépendent finalement de W et d'un nombre fini de ses dérivées temporelles. La théorie s'applique aux modèles de systèmes en termes d'équations algébriques différentielles uniquement, mais qui peuvent être implicites en les variables à observer.

En résumé, l'approche algébrique différentielle de l'observabilité non linéaire peut répondre aux problèmes d'identifiabilité et d'observabilité qui se posent dans les processus biotechnologiques. La principale limite que l'on peut rencontrer en suivant cette approche sont la disponibilité de ressources informatiques suffisantes pour effectuer tous les calculs proposés. L'approche algébrique différentielle est l'une des rares approches à fournir des tests explicites d'observabilité. Il existe de nombreuses méthodes de ce type, mais la plus intéressante utilise la notion d'ensemble de caractéristiques (*feature set*) [27]. L'observabilité d'une variable Z par rapport à une variable mesurée supposée W est vérifiée en utilisant des algorithmes d'ensemble de caractéristiques à travers les équations du système par rapport à un classement qui ordonne W et toutes ses dérivées avant Z .

Dans la section 5.2, un observateur avec cette approche différentielle algébrique que nous avons développé est présenté. Dans ces travaux, le taux spécifique de croissance, pour un modèle simple à une étape, est estimé à partir de la mesure du

débit de biogaz, et des entrées du système (taux de dilution). Les concentrations de la biomasse et du substrat sont alors reconstruites à partir de cette estimation du taux spécifique de croissance. Les résultats en simulation montrent les performances de l'estimateur proposé. Le présent chapitre s'inscrit dans une approche d'estimation des variables d'états non mesurés, en faisant appel, à une approche algébrique différentielle. Cette approche portera sur l'estimation du taux spécifique de croissance des microorganismes. Elle existe dans plusieurs travaux de recherche dont celui de [27].

Motivé par l'enjeu qui se trouve dans ce domaine d'estimation des variables, nous avons tenté de mener un travail sur l'estimation du taux spécifique de croissance en utilisant uniquement les mesures du taux de dilution (avec D positif) et du débit de biogaz (Q). Une des raisons ayant conduit à réfléchir sur une telle étude serait, d'une part, du fait de ne pas utiliser un algorithme d'identification des paramètres, et d'autre part, son utilisation est appropriée pour un système de digestion anaérobie à une étape.

Bref de nos jours, il n'existe pas d'appareils pour mesurer le taux de croissance spécifique des bactéries dans un digesteur, c'est pourquoi les techniques d'estimation sont très sollicitées.

5.2 Estimation du taux spécifique de croissance

5.2.1 Introduction [11]

La digestion anaérobie est largement utilisée pour le traitement des déchets, et constitue une source d'énergie renouvelable à travers la production de biogaz. Afin d'optimiser le fonctionnement de ce processus, des stratégies de contrôle avancées doivent être développées. Néanmoins, une difficulté majeure est le manque de capteurs fiables et bon marché pour la surveillance et le contrôle en ligne du processus. Pour mettre fin au manque des capteurs, ce travail vise à développer des capteurs logiciels qui estiment les variables du processus. Une possibilité pour estimer le taux spécifique de croissance des microorganismes consiste à l'utilisation d'une approche algébrique, cette approche a déjà démontré ses performances dans le cas de procédé de digestion anaérobie [28, 39].

L'approche algébrique différentielle des problèmes d'observation remonte à la fin des années 1980 et au début des années 1990 avec les travaux de [100, 40]. La partie essentielle de cette approche, telle qu'expliquée pour la première fois dans [57], est qu'une quantité, dite Z , d'un système est observable par rapport à une autre, dite W (qui est supposée être disponible dans un certain intervalle de temps), si chaque composante de Z est une solution d'une équation algébrique non différentielle dont les coefficients dépendent finalement de W et d'un nombre fini de ses dérivées temporelles. Cette théorie s'applique aux modèles de systèmes en termes d'équations algébriques différentielles uniquement, mais qui peuvent être implicites en des variables à observer.

En résumé, l'approche algébrique différentielle de l'observabilité non linéaire peut répondre aux problèmes d'identifiabilité et d'observabilité qui se posent dans les processus biotechnologiques. La principale limite que l'on peut rencontrer en suivant cette approche est la disponibilité de ressources informatiques suffisantes pour effectuer tous les calculs proposés.

L'approche algébrique différentielle est l'une des rares approches à fournir des tests explicites d'observabilité. Il existe de nombreuses méthodes de ce type, mais la plus intéressante utilise la notion d'ensemble de caractéristiques (*feature set*) [27].

L'observabilité d'une variable Z par rapport à une variable mesurée supposée W est vérifiée en utilisant des algorithmes d'ensemble caractéristiques à travers les équations du système par rapport à un classement qui ordonne W et toutes ses dérivées avant Z . Dans la section 5.2, un observateur avec cette approche différentielle algébrique que nous avons développé est présenté.

Cette section correspond à l'article :

- Y. M. Baldé, S. Diop, S. Tebbani et C. Kanté, *Estimation of the specific growth rate for an anaerobic digestion process*, 2021 29th Mediterranean Conference on Control and Automation (MED), New York : IEEE Press, pp. 109–114, DOI : [10.1109/MED51440.2021.9480197](https://doi.org/10.1109/MED51440.2021.9480197).

Dans ces travaux, le taux de croissance spécifique, pour un modèle simple à une étape, est estimé à partir de la mesure du débit de biogaz, de la concentration de l'influent, et du taux de dilution. Les concentrations de la biomasse, et du substrat sont alors reconstruites à partir de cette variable estimée appelée taux de spécifique croissance des bactéries.

5.2.2 Modèle du processus de digestion anaérobie

Dans ce mémoire, le modèle du processus de digestion anaérobie est exprimé par le modèle dit à une étape [111] et présenté au précédent chapitre. Ce modèle simple est exprimé comme nous montre l'expression (5.1) :

$$\begin{cases} \dot{X} = (\mu - D)X \\ \dot{S} = -K_1\mu X + D(S_{in} - S) \\ Q = K_2\mu X \end{cases} \quad (5.1)$$

Où S est la concentration du substrat, X est la concentration de la biomasse, D est le taux de dilution, S_{in} est la concentration du substrat dans l'alimentation (supposée constante et positive), μ est le taux spécifique de croissance des microorganismes et les quantités K_1 et K_2 sont des paramètres stoechiométriques et sont également constantes. Pour rappel, cette équation décrit la croissance et les changements de la biomasse (X) consommant le substrat approprié S . Le premier terme de la partie droite reflète à la croissance des bactéries et le second terme reflète au taux de liquide de l'effluent. Le bilan de masse du substrat est décrit par la deuxième équation, où le premier terme correspond à la consommation du substrat par les bactéries, le deuxième terme correspond au taux de liquide de l'influent avec la concentration de matière organique diluée S_{in} , à l'entrée. La dernière équation du système de l'expression (5.1) décrit la formation de biogaz (Q).

En termes de système, le taux de dilution (D) est l'entrée du système de contrôle, la sortie est le débit de biogaz (Q). Le taux de croissance spécifique des microorganismes, μ , est une fonction assez complexe.

Il est courant dans la littérature d'approximer μ par une fonction empirique des concentrations de la biomasse (X) et du substrat (S). Les modèles empiriques de taux de croissance spécifique les plus répandues sont les modèles de Monod, Contois et Haldane [111], [53] (voir section 4.3.3 au chapitre 4).

Notez que la théorie d'approche algébrique différentielle s'applique aux systèmes qui sont décrits par des polynômes différentiels dont les coefficients sont des fonctions monomorphes du temps. La théorie peut être étendue à des descriptions impliquant des fractions rationnelles différentielles.

Des équations et des inégalités différentielles doivent alors être considérées afin de vérifier l'observabilité de la variable latente z par rapport à, u et y . Elles peuvent s'écrire comme l'équation (5.2) avec i l'indice de l'équation :

$$P_i(u, \dot{u}, \dots, y, \dot{y}, \dots, z, \dot{z}, \dots, \xi, \dot{\xi}, \dots) = 0 \quad (i = 1, 2, \dots) \quad (5.2)$$

L'ensemble caractéristique des polynômes différentiels est alors calculé par rapport à un classement, défini par : $\{\{u, y\}, \{z\}, \{\xi\}\}$. Pour le problème considéré, la décision sur l'observabilité du taux spécifique de croissance des bactéries par rapport à D , Q , S_{in} et éventuellement K_1 et K_2 , peut être prise sur la base d'un ensemble caractéristique de l'ensemble des polynômes différentiels.

$\{u\}$ est l'entrée du système incluant les paramètres du modèle, $\{y\}$ est la sortie du système, $\{z\}$ est la variable estimée, $\{\xi\}$ est la variables d'état.

Les équations (5.1) sont réécrites sous la forme (5.2) et on obtient alors l'expression (5.3) :

$$\begin{cases} \dot{S} + K_1\mu X - D(S_{in} - S) = 0 \\ \dot{X} - (\mu - D)X = 0 \\ Q - K_2\mu X = 0 \\ \dot{K}_1 = 0 \\ \dot{K}_2 = 0 \end{cases} \quad (5.3)$$

En ce qui concerne la classification de l'approche algébrique différentielle, nous avons l'expression (5.2) :

$$\{\{u, y\}, \{z\}, \{\xi\}\} = \{\{D, Q, S_{in}, K_1, K_2\}, \{\mu\}, \{X, S\}\}$$

Après les dérivation et réduction du système, nous trouvons ce qui suit :

$$\begin{cases} \dot{K}_1 = 0 \\ \dot{K}_2 = 0 \\ Q\dot{\mu} + Q\mu^2 - \dot{Q}\mu - DQ\mu - K_2\mu X + Q = 0 \\ K_2\dot{S} + K_2DS - K_2DS_{in} + K_1Q = 0 \end{cases} \quad (5.4)$$

L'observabilité par rapport à D , Q , S_{in} , K_1 et K_2 signifie l'existence d'un polynôme non différentiel dans une indéterminée, dépendant de D , Q , S_{in} , K_1 et K_2 , tel que $\mu = 0$. Étant donné la première équation de (5.4), l'observabilité impliquerait que la dynamique de concentration de la biomasse (X) ne dépende que de D et de S_{in} , non dépendant de la concentration du substrat (S), ce qui est absurde.

Ceci donne le résultat suivant :

Théorème 1 [27] : Le taux spécifique de croissance des microorganismes de la digestion anaérobie lorsque ce dernier processus évolue selon le modèle (5.4) n'est pas observable pour D , Q , S_{in} , K_1 et K_2 . L'équation différentielle à coefficients indéterminés et dépendant de la dérivée de D , Q , S_{in} , K_1 et K_2 , d'ordre inférieur est donnée par l'expression (5.5).

$$\mu\dot{Q} - \dot{\mu}Q - \mu^2Q + Q\mu D = 0 \quad (5.5)$$

Une conséquence de ce théorème est qu'il n'est pas possible de concevoir un estimateur qui soit basé sur des mesures en ligne de D , Q , S_{in} uniquement, et avec la liberté de choisir sa vitesse de convergence.

La section suivante présente un regard sur l'équation (5.5) qui donne un estimateur mais avec une vitesse de convergence totalement dépendante du taux de dilution (D). En supposant que nous estimons de la manière indiquée dans la section suivante : X et S sont observables à partir des paramètres : D , Q , S_{in} , K_1 et K_2 .

Par rapport à X , la réponse est positive et est directement donnée par le troisième polynôme dans (5.4). La réponse à S est négative, comme le suggère le dernier polynôme différentiel dans (5.4). Pour prouver cela, il est nécessaire de se référer à [38]. La dernière équation de (5.4) peut être réécrite comme l'expression (5.6) :

$$\dot{S} + DS - DS_{in} + \frac{K_1}{K_2}Q = 0 \quad (5.6)$$

Notre expression peut être réécrite comme indiqué dans (5.7) :

$$\dot{S} + P_1 = 0 \quad (5.7)$$

Où $P_1 = DS + P_0$, avec $P_0 = -DS_{in} + \frac{K_1}{K_2}Q$ n'implique pas S . L'expression (5.7) ne peut pas être factorisée sous la forme $(\dot{S} + P_2)(1 + P_3)$. Avec P_2 et P_3 deux polynômes (non différentiels) dans S dont les paramètres dépendent des dérivées de D , Q , S_{in} , K_1 , K_2 et μ . On teste également un autre théorème pour infirmer ou confirmer l'hypothèse que P_1 est un polynôme de premier degré en S .

Théorème 2 [27] : La concentration de biomasse X de la digestion anaérobie lorsque ce dernier processus évolue selon le modèle (5.1) est observable par rapport à D , Q , S_{in} , K_1 et K_2 et μ . Cependant, la concentration du substrat S n'est pas observable par rapport à D , Q , S_{in} , K_1 et K_2 et μ [27].

L'estimation du taux de croissance spécifique des bactéries peut être faite par la méthode directe de dénombrement des cellules bactériennes ou par la méthode indirecte de mesure de la biomasse. Dans notre cas l'estimation du taux de croissance spécifique est effectuée à partir d'une approche algébrique différentielle.

Reprenons le polynôme différentiel $\mu\dot{Q} - \dot{\mu}Q - \mu^2Q + Q\mu D = 0$. Cette équation peut être reformulée comme suit :

$$\mu\dot{Q} - \mu^2Q = -Q\mu D + \dot{\mu}Q$$

On peut alors noter que dans les intervalles de temps où elle n'est pas identique à zéro, μ peut être mise sous la forme de l'expression (5.8) :

$$\frac{d}{dt}\left(\frac{Q}{\mu}\right) = -D\left(\frac{Q}{\mu}\right) + Q \quad (5.8)$$

Étant donné le signe constant de D et de Q , on introduit la variable auxiliaire Z définie par l'expression 5.9 :

$$Z = \left(\frac{Q}{\mu}\right) \quad (5.9)$$

Cette quantité peut donc être estimée grâce à la stabilité exponentielle de l'équation dynamique précédente. Le taux spécifique de croissance des microorganismes est estimé en simulant simplement la dynamique (5.10) à partir des mesures expérimentales de D et de Q :

$$\begin{cases} \dot{Z} = -D(Z) + Q \\ \hat{\mu} = \frac{Q}{Z} \end{cases} \quad (5.10)$$

L'initialisation, $Z(t_0)$, de cette équation dynamique est meilleure avec l'expression (5.11) [27] :

$$Z(t_0) = Z_0 = \frac{Q(t_0)}{D(t_0)} \quad (5.11)$$

Cette expression est obtenue en considérant que $Z(t_0)$ et en utilisant (5.10). Ainsi, l'estimation du taux de croissance spécifique est donnée par (5.10), initialisé par (5.11). Cet observateur est un estimateur en boucle ouverte, dont la convergence est directement dictée par le taux de dilution (D). La convergence est garantie tant que D est strictement positif (similairement à l'observateur asymptotique décrit dans l'annexe D.1).

L'observabilité d'un processus est un concept important dans le domaine de l'estimation de l'état des variables. En effet, pour reconstruire les états inaccessibles d'un système, il faut savoir, si les variables d'états sont observables ou non. L'observabilité d'un système est la propriété qui permet de dire si l'état peut être déterminé uniquement à partir de la connaissance des signaux d'entrées et de sorties.

Dans le cas des systèmes non linéaires, la notion d'observabilité est peu maniable et elle est liée aux entrées et aux conditions initiales. Il n'existe pas de technique pour mesurer les variables non mesurées, les techniques d'estimation sont alors nécessaires dans ce domaine.

Les méthodes d'approche algébriques différentielles nous permettront de trouver des réponses partielles au problème de l'estimation des taux de croissance spécifiques de la biomasse sur la base de mesures disponibles.

A partir de cette estimation du taux spécifique de croissance, les variables d'état du modèle peuvent également être estimées comme suit :

- **Etape 1** : $\hat{\mu}$ est estimé à l'aide des mesures D et Q indépendamment des autres paramètres.
- **Etape 2** : $\hat{X}$, $\hat{S}$, $\hat{Q}$, sont estimés à partir du modèle du système (i.e. en intégrant les fonctions $\dot{S}$ et $\dot{X}$).

Pour cela, nous avons utilisé comme entrée : μ , D et S_{in} . Il est important de noter qu'il faut attendre que l'estimateur du taux spécifique ait convergé avant de pouvoir l'exploiter. Ici, le temps de convergence est de l'ordre de 12 jours (de l'ordre de $3/D$). Par ailleurs, la détermination de S et Q nécessite la connaissance des paramètres (K_1 et K_2).

Ces paramètres avaient été identifiés avec le modèle à une étape au chapitre 4. On peut également identifier les paramètres K_1 et K_2 pour améliorer l'estimation de Q et S. La procédure est alors la suivante :

- K_1 a été identifié par la méthode des moindres carrées non linéaires, à partir de la concentration du substrat (S),
- K_2 a été identifié par la méthode des moindres carrées linéaires à partir du débit de biogaz (Q).

La Figure 5.1, nous montre le processus mis en place pour l'estimation et simulation développé.

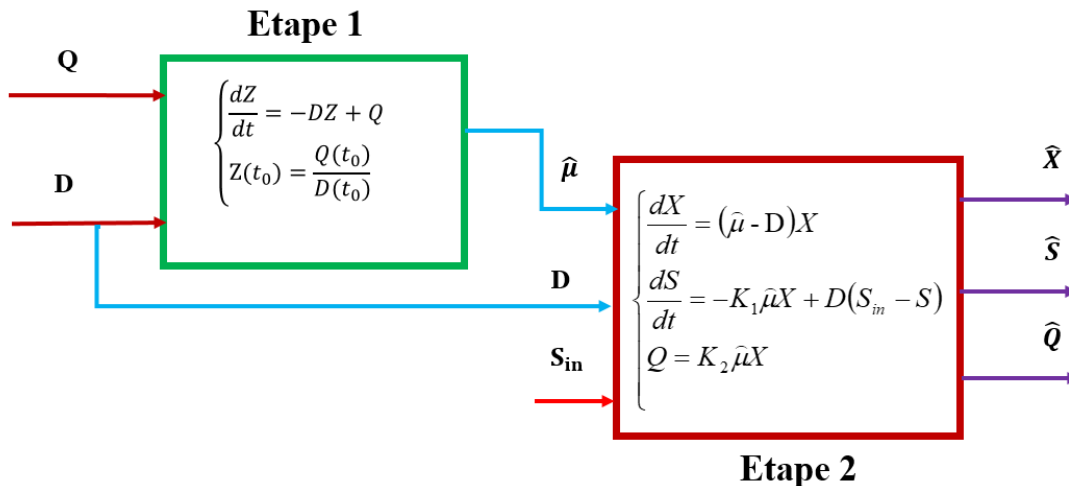


FIGURE 5.1 – Processus d'estimation et de simulation du modèle simplifié

5.2.3 Résultats de l'estimation

Dans cette section, l'observateur développé précédemment est mis en œuvre pour le même cas d'étude que celui présenté à la section 4.3.3 du chapitre 4.

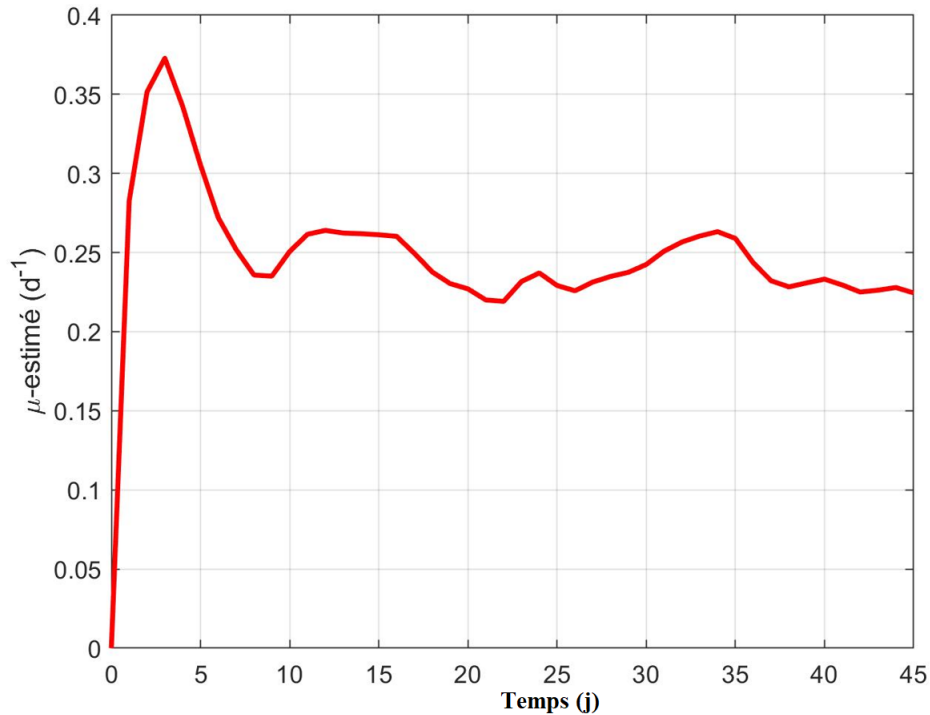


FIGURE 5.2 – Evolution du taux spécifique de croissance en fonction du temps (TRH = 45 jours)

La Figure 5.2 montre le résultat de l'estimation du taux spécifique de croissance des microorganismes.

L'estimation du taux spécifique de croissance donne des résultats cohérents avec le profil du taux de dilution (D).

La comparaison entre les concentrations de la biomasse (X) et du substrat (S) obtenu à partir de l'association des variables d'état du modèle *ADM1* et du débit de biogaz est montrée sur la Figure 5.3. On compare les résultats obtenus avec les paramètres K_1 et K_2 identifiés du chapitre précédent, et les résultats obtenus avec une identification de ces paramètres en utilisant l'estimation de μ .

Pour l'identification, les données ont été divisées en deux ensembles :

- du temps est égal à 15 jours au temps est égal à 30 jours (désigné par *data#1*), les données sont utilisées pour l'identification des paramètres,
- du temps est égal à 30 jours au temps est égal à 45 jours (désigné par *data#2*), les données sont utilisées pour la validation.

Les nouvelles valeurs identifiées pour K_1 et K_2 sont données dans le tableau 5.1.

TABLE 5.1 – Valeurs des paramètres du modèle

Désignation	K_1 (Kg/m ³)	K_2 (Kg/m ³)
Première identification	6,12	5,35
Seconde identification	9,02	5,78

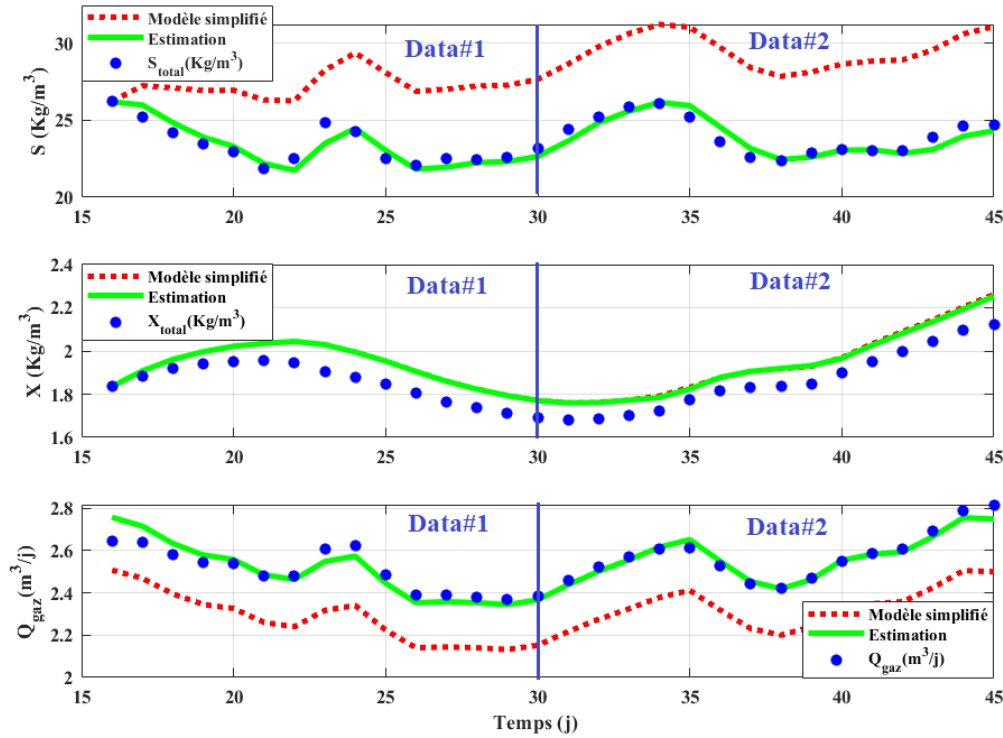


FIGURE 5.3 – Comparaison entre les concentrations de X , S et du débit de biogaz (Q) (TRH = 45 jours)

La Figure 5.3 nous montre que, le modèle estimé prédit bien le comportement des données mesurées pour le reste des jours. L'estimateur proposé conduit à des bons résultats, avec une simplification de la procédure d'identification. En effet, uniquement deux paramètres sont à identifier, et chacun peut être identifié séparément de l'autre.

5.3 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons proposé un estimateur du taux spécifique de croissance des microorganismes et des concentrations de biomasse, de substrat et du débit de biogaz, pour le modèle à une étape. La particularité et l'intérêt de cet estimateur est qu'il ne dépend pas des paramètres de la cinétique de croissance pour sa mise en œuvre pour l'estimation du taux spécifique de croissance et pour la biomasse. Premièrement, l'estimation de μ est effectuée en utilisant seulement la mesure du débit de biogaz (Q), et le taux de dilution (D).

Une fois le taux de croissance spécifique estimé, en seconde étape nous utilisons les valeurs du taux de croissance spécifique des bactéries obtenu et les valeurs de la concentration d'effluent du substrat, et du taux de dilution comme entrée ; pour estimer de nouveau les concentrations de la biomasse, du substrat et du débit du biogaz. L'estimateur proposé est similaire, dans sa structure finale, à l'estimateur asymptotique D.1. Néanmoins, le changement de variable introduit n'est pas linéaire, et la philosophie et la démarche qu'il utilise ne sont pas les mêmes. En effet, l'estimateur proposé estime le taux de croissance spécifique, alors que l'observateur asymptotique élimine cette variable.

Les différents résultats obtenus montrent la qualité de l'estimateur développé, car

à partir des données existantes, l'estimateur permet de reconstruire les concentrations en biomasse, sans avoir recours à un modèle au taux de croissance spécifique. Cela permet de faciliter grandement l'étude de bioprocédés, car il ne nécessite pas l'identification des paramètres du modèle de croissance, ce qui est une étape délicate comme discuté dans le chapitre précédent.

La prédiction de la concentration de substrat et celles du débit de biogaz peuvent être améliorées en identifiant les paramètres de leur modèle d'évolution, en utilisant l'estimation du taux spécifique de croissance. Dans ce cas, l'identification est plus simple à mener, car on peut découpler les identifications des deux paramètres (K_1 et K_2). Cependant, il faut que l'estimateur du taux spécifique de croissance ait convergé avant de pouvoir l'exploiter pour une prédiction des autres variables d'état. Par ailleurs, l'estimateur développé suppose un modèle à une étape. En perspective, il faut étendre l'approche à un modèle à deux étapes.

6 | Conclusion générale

Sommaire

6.1 Conclusion	79
6.2 Perspectives	81

6.1 Conclusion

La valorisation des déchets est de plus en plus sollicitée. De nos jours les rejets des déchets d'animaux (bouse de vache, fiente de poules), municipaux et industriels (eaux usées d'huile de palme) sont croissants. Il est nécessaire de rechercher des solutions pour limiter le rejet de ces types de déchets dans la nature. En effet, ces déchets contribuent à la dégradation de l'environnement et jouent un rôle de premier plan dans la pollution de l'environnement. Afin de protéger les milieux récepteurs, il faut traiter ces déchets en passant par leur valorisation. Par ailleurs, réutiliser les ressources épurées en agriculture et/ou en industrie, permettrait de faire baisser considérablement l'utilisation des engrais chimiques. La dépollution par voie biologique a lieu dans un bioréacteur qui peut être aérobie ou anaérobie. Dans le cas étudié dans cette thèse, nous avons considéré la technique de la digestion anaérobie. Ce procédé, s'il est de plus couplé à un système de commande permettant d'optimiser son fonctionnement, apparaît comme une solution très prometteuse pour atteindre l'objectif de favoriser la production d'une énergie propre (le biogaz), tout en générant un engrais naturel et propre pour des débouchés en agriculture (le digestat).

La digestion anaérobie est un processus biologique complexe, qui fait intervenir des organismes vivants dont les caractéristiques évoluent dans le temps et qui peut facilement être déstabilisé. Pour éviter ces genres des problèmes, il est nécessaire de contrôler le système. Cela nécessite le recours à un modèle mathématique qui contiendrait des informations pertinentes sur les variables clés du système et qui décrit au mieux son comportement dynamique.

Aussi, Il est donc important de faire une étude détaillée de la modélisation et l'estimation de la digestion anaérobie afin de mieux comprendre le rôle des paramètres non mesurés dans le fonctionnement du bioprocédé, pour pouvoir ensuite optimiser son fonctionnement et son rendement.

Le chapitre 2 a présenté le dispositif et les procédures expérimentaux, ainsi que le travail qui nous a permis de étudier la production du biogaz afin d'évaluer le potentiel énergétique des déchets d'animaux (bouse de vaches et fiente de poules), municipaux et industriel (eaux usées d'huile de palme) et cela en vue de leur valorisation énergétique. Ces recherches nous ont permis de déterminer les paramètres physico-chimiques des déchets : Humidité, Matière Sèche, Matière Orga-

nique (MO), masse volumique, taux de carbone, rapport carbone azote, Demande Chimique en Oxygène (DCO) et Acide Gras Volatils (AGV). Plusieurs expériences sur la méthanisation de ces types de déchets ont été réalisées avec une digestion anaérobie qui a duré 45 jours, dans une gamme de température de 27 à 28 ° C (plage mésophile). Le potentiel biométhane (BMP) a également été déterminé ainsi que le débit de biogaz des différents types des déchets étudiés. Ces résultats comparés à ceux de la littérature ont révélé une très bonne cohérence.

A partir des données expérimentales, la modélisation du procédé a été réalisée et présentée dans le chapitre 3 en considérant un modèle de référence : le modèle ADM1. Les paramètres du modèle ADM1 ont alors été identifiés selon une procédure que nous avons proposée. Cette procédure d'identification proposée s'appuie sur une analyse de sensibilité des sorties par rapport aux variations des paramètres. Seulement 7 paramètres parmi les 105 paramètres du modèle ADM1 ont été identifiés, alors que les autres paramètres ont été fixés à leur valeur d'après la littérature. Les données mesurées de la production de biogaz, des concentrations d'AGV et de DCO ont été utilisées pour cette phase d'identification. Les résultats de validation ont mis en évidence les performances du modèle obtenu. Il faut ceci dit préciser que ce modèle devra être consolidé et vérifié avec de nouveaux jeux de données. Il a été considéré comme le modèle de référence dans la suite de l'étude, en remplacement du procédé réel.

Le modèle ADM1 reste malgré tout complexe et de grande taille, limitant son utilisation pour la synthèse des stratégies d'estimation et de contrôle. Aussi, nous avons considéré au chapitre 4 la mise au point de modèles réduits pour le procédé. Deux modèles ont été développés et leurs paramètres identifiés. Le premier, dit à une étape, suppose que l'ensemble du biogaz est produit par une seule biomasse, qui consomme un seul substrat. Le deuxième considère deux biomasses et deux substrats, et permet de séparer les étapes d'acidogénèse de celle de méthanogénèse. Une cinétique de type Monod a été considéré dans l'ensemble des cas, modélisant ainsi une limitation par le substrat. Un modèle de type Haldane, modélisant l'inhibition a également été considéré pour le modèle à une étape (présenté dans le chapitre 5). Les paramètres de ces modèles ont été déterminés pour reproduire au mieux le comportement dynamique du modèle ADM1, à partir des mesures des concentrations de biomasses, substrats et débit de biogaz. Les résultats de simulation ont illustré l'efficacité de la stratégie d'identification proposée, mais ont démontré qu'il fallait l'améliorer, notamment dans le régime transitoire. Il faut également améliorer la qualité du modèle à deux étapes qui aboutit à des résultats moins performants que le modèle à une étape.

La mise en place d'une stratégie d'estimation a fait l'objet du chapitre 5. L'originalité de notre approche réside dans la détermination des concentrations de biomasse et substrat à partir de l'estimation du taux spécifique de croissance. L'avantage principal est que l'estimateur développé ne nécessite aucune hypothèse sur la structure du taux de croissance et est indépendant de son modèle empirique et de ses paramètres. Ainsi, l'estimateur proposé utilise une formulation mathématique simple, et les mesures du débit de biogaz pour reconstruire le taux spécifique de croissance, et ainsi les variables d'état du système (avec hypothèse de modèle classique issu d'un bilan de matière). L'approche algébrique différentielle a été utilisée pour la conception de cet estimateur. Il a alors été démontré dans cette thèse que :

- le taux spécifique de croissance des micro-organismes n'est pas observable selon l'approche algébrique différentielle ;
- mais, en utilisant les méthodes algébriques de décision, une équation dif-

férentielle spécifique impliquant le taux spécifique de croissance des micro-organismes et les quantités supposées mesurées en ligne est obtenue et utilisée comme un capteur logiciel pour le taux de croissance de ces espèces. Les résultats en simulation, dans le cas du modèle à une étape ont démontré l'efficacité de cet estimateur, qui est de plus simple à mettre œuvre (durée d'implémentation et temps de calcul).

6.2 Perspectives

Les travaux entrepris dans cette thèse ouvrent de nombreuses perspectives. Sur le plan expérimental, les perspectives concernent l'étude et l'amélioration du dispositif expérimental à l'IST de Mamou. Parmi les perspectives de continuité de ce travail pour le digesteur pilote, on peut citer :

- Effectuer des expérimentations avec différents profils de débit pour consolider les résultats expérimentaux,
- Approfondir l'étude de la codigestion, pour un meilleur rendement du procédé de digestion anaérobie.
- Aller vers une automatisation du digesteur, avec des capteurs logiciels dans un premier temps, puis vers des unités de pilotage à plus long termes.

Pour ce qui est de la modélisation du procédé, les premiers résultats obtenus sont encourageants, mais il s'agira de les améliorer, via par exemple :

- Effectuer des expérimentations dédiées à l'identification du modèle ADM1 (via une planification d'expériences),
- Améliorer la qualité du modèle réduit à deux étapes,
- Développer un modèle réduit représentatif du comportement global du système de digestion anaérobie.

Pour ce qui est de l'estimation, la perspective principale est en lien avec l'estimateur du taux spécifique de croissance. Il s'agira notamment de :

- Valider l'estimateur sur des données expérimentales,
- Etendre cet estimateur vers des modèles à plusieurs étages, et prendre en compte d'autres mesures (le pH et température par exemple).
- Proposer des estimateurs hybrides pour robustifier l'estimation des concentrations à partir de μ notamment vis-à-vis des incertitudes sur les rendements. Cette approche d'hybridation peut par exemple combiner cet estimateur avec un estimateur plus classique comme un filtre de Kalman.

Un aspect non abordé dans cette thèse concerne la commande du procédé. Beaucoup de travaux existent dans la littérature concernant la commande de procédé de digestion anaérobie [118, 35, 117, 36, 108, 37, 92].

Une piste à explorer serait d'utiliser le taux spécifique de croissance estimé et de l'intégrer dans une loi de commande pour le maintenir à une valeur optimale. On peut pour cela, par exemple, concevoir une loi de commande prédictive [129] ou une loi de type Economic MPC (pour intégrer des informations supplémentaires, tels que les demandes des usagers et les coûts économiques d'exploitation).

Etant donné les limitations en terme d'automatisation du procédé, la conception d'une loi de contrôle sans modèle pourrait être une piste prometteuse [49]. L'idée serait d'utiliser la mesure de biogaz pour identifier un modèle linéaire simple, en temps réel, pour lequel une loi classique de type PID devra maintenir le débit de biogaz à une valeur optimale souhaitée. L'estimateur du taux spécifique de croissance permettrait alors d'avoir un outil de surveillance du bon déroulé de la digestion. Il pourrait également être combiné à cette stratégie de commande sans

modèle pour une meilleure efficacité (par exemple commande sans modèle sur le taux de croissance estimé).

La perspective principale de ces travaux de thèse reste l'aboutissement à une solution de digestion automatisée avec un rendement optimal pouvant être facilement déployée dans les zones rurales en Guinée.

A | Etude expérimentale du digesteur expérimental

La caractérisation du substrat ainsi que celle du potentiel biométhane dans le cas du digesteur à échelle de laboratoire, via l'étude du débit en biogaz produit, sont détaillés dans [\[10\]](#). Cet article est fourni ci-après.

AN EXPERIMENTAL STUDY FOR THE CHARACTERIZATION OF BIOGAS PRODUCTION FROM COW DUNG AND DROPPINGS

Younoussa Moussa Baldé, Cellou Kanté, Sette Diop, Sihem Tebbani

Abstract: The present work is an account of an ongoing work on biogas production from animal wastes at LEREA (Laboratoire d'enseignement et de recherche en énergétique appliquée) in Mamou, Guinea. The work consists of biogas production from anaerobic digestion and co-digestion of cow dung and droppings. We focus in this report on the determination of the physico-chemical characteristics of the experimental setup. We have carried out three experiments of anaerobic digestion each one lasting 45 days at mesophilic temperature (temperature was maintained in the range 27°C - 28°C). Biogas - 28.4 liters have been obtained from droppings, 22.6 liters from cow dung and 38.7 liters from co-digestion of the previous two wastes. The following physico-chemical characteristics were observed for cow dung: humidity 43%, dry matter 20.83%, organic matter 57%, density 625kg/m³, carbon content 31%, nitrogen content 1.46%, nitrogen-carbon ratio 21/30. For droppings we measured: humidity 35%, dry matter 65%, organic matter 62%, density 250 kg/m³, carbon content 36%, nitrogen level 1.83%. This characterization was carried out on a sample of 3 g of each type of substrate. These results agree with those of the literature that we were able to compare with.

Keywords: anaerobic digestion; anaerobic co-digestion; physico-chemical characterization; cow dung waste; droppings waste; methanation; animal waste

1. INTRODUCTION

In order to meet Guinea's energy needs, significantly reduce local pollution and the greenhouse effect, and preserve the environment, it is necessary to explore and develop new energy sources such as biogas. This widely available, inexpensive and non-polluting renewable energy can be used to complement so-called non-renewable fossil fuels [15, 9, 16].

In Guinea, despite the importance of hydropower potential, the supply of thermal and electrical energy remains one of the major problems in most of the country's rural areas, leading to increased wood consumption, severe forest degradation, soil erosion and climate and environmental degradation. On the other hand, organic wastes may be turned into a source of wealth in remote rural areas thanks to anaerobic digestion. The biogas produced by this natural anaerobic digestion process may be used for the production of heat and electricity for households.

In addition, animal wastes, thanks to the organic matter they contain, are a guarantee for soil fertility. Farm animals release 20 to 40% of the nitrogen and phosphorus and 70 to 90% of the potassium ingested with feed. For poultry, the release is about 70% of the nitrogen [3, 8]. The gaseous emissions from these effluents are methane, CH₄, ammonia, NH₃, hydrogen sulphide, H₂S, carbon dioxide, CO₂.

Recovering the biogas and agricultural fertilizer contained in these animal wastes requires prior characterization of their physico-chemical parameters [11, 5]. This is the motivation of the

first part of the work at LEREA. After the characterization of the samples we proceed to the methane production from the wastes. We provide experimental characterization of substrates consisting of cow dung and droppings that may be found in the area of Mamou in Guinea. Typical values of biogas production from cheap bioreactors are also provided by our study, including co-digestion of cow dung and droppings.

We have carried out three experiments of anaerobic digestion each one lasting 45 days at mesophilic temperature (temperature was maintained in the range 27°C - 28°C). 28.4 liters have been obtained from droppings and 22.6 liters from cow dung and 38.7 liters from co-digestion of the previous two wastes. The following physico-chemical characteristics were observed for cow dung: humidity 43%, dry matter 20.83%, organic matter 57%, density 625kg/m³, carbon content 31%, nitrogen content 1.46%, nitrogen-carbon ratio 21/30. For droppings we measured: humidity 35%, dry matter 65%, organic matter 62%, density 250kg/m³, carbon content 36%, nitrogen level 1.83%. This characterization was carried out on a sample of 3g of each type of substrate. These results agree with those of the literature that we were able to compare with.

The paper is organized as follows. In next section we present the materials and methods used for characterization of the wastes as well as the biogas production. Section 3 is devoted to exposition of the results and their discussions. The paper ends with concluding remarks and words on future works.

2. MATERIALS AND METHODS

The equipment used for the characterization consisted of an oven, a *W10/10A-HERAUS* incinerator of 800 W, a *DIAL-O-GRAM* brand analytical balance of 2610 g capacity, a stirrer glass for the agitation and homogenization of the substrate, a clamp allowing the manipulation of hot glassware, and two containers which are graduated in centiliters.

These equipments make it possible to measure the following characteristics: density, relative

humidity, dry matter, organic matter, mineral matter, the carbon and nitrogen contents of the various cow dung and droppings saamples.

2.1. Substrates

The substrates used in this study consist of easily biodegradable organic wastes. Specifically, we chose cow dung, and droppings for their availability in the area of Mamou. Fig. 1 below shows plastic bags of samples of these wastes.



Fig. 1. Animal waste samples

Samples of cow dung and droppings are collected from a cattle park and a poultry farm in Mamou. The analysis of these samples was carried out at the Microbiology Laboratory of the National Control Office (ONCQ) of Matoto in Conakry. The results obtained were interpreted at LEREA facilities at UGANC in Conakry and in Mamou.

2.2. Experimental setup

This is a cheap poorman's bioreactor consisting of bottles of volume varying between 4.5 and 5 liters. The first one is the bioreactor itself. It is equipped with a flexible tube which lets the biogas leave the first bottle to a second one which is the container of the produced biogas. This bottle is initially filled with water. It is equipped with two holes: the first one is for the supply of gas from the

bioreactor and the second hole lets the water flow to the third bottle which is a water collector. The principle of measurement of the biogas is thus very simple: under the biogas pressure in the biogas container the water flows to the water collector bottle. The latter is equipped with graduations measuring the displaced water and the volume of biogas produced, too. The photograph of Fig. 2 shows the three bioreactors each one made of the previously mentioned three bottles and diagram of Fig. 3 shows the principle of each bioreactor. Therefore, the digester is essentially a closed airtight and preferably thermally insulated vessel from the outside in which different bacterial species degrade the organic waste and produce biogas [18]. Therefore, our bioreactors are of batch type.

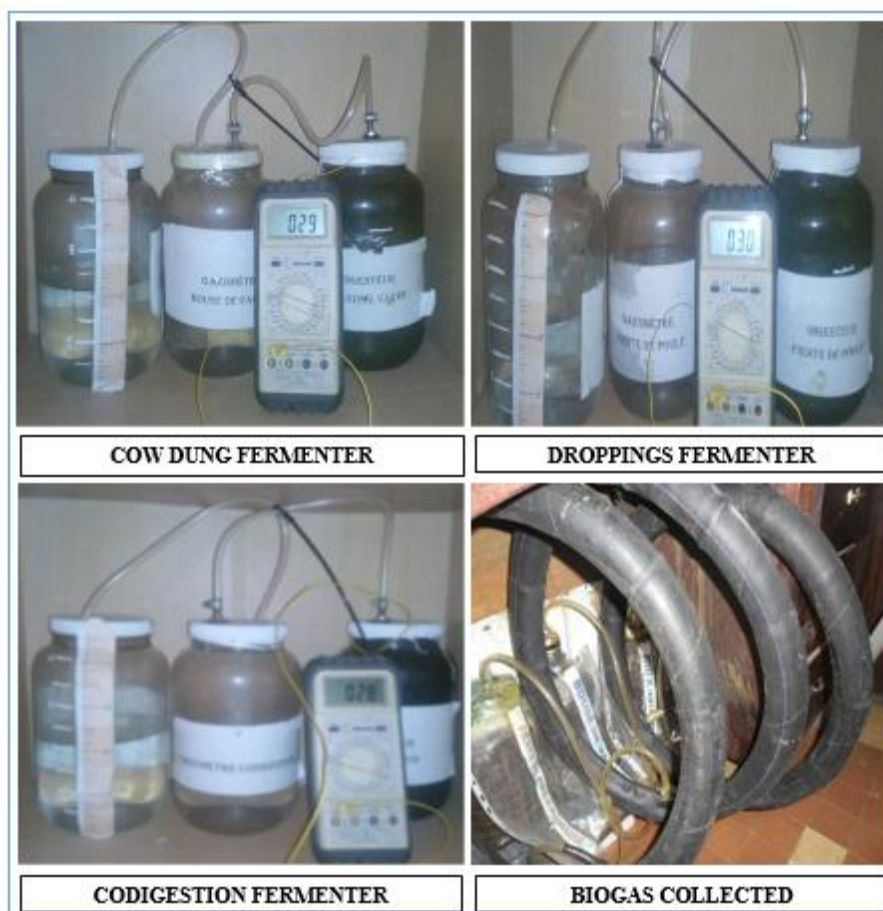


Fig. 2. Experimental method

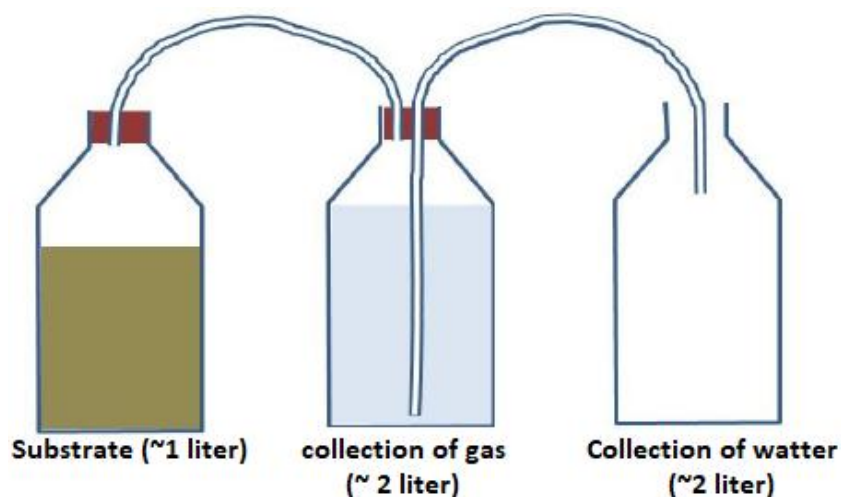


Fig. 3. Experimental setup

2.3. Analytical methods

Characterization of wastes is done through the two following methods: gravimetric and volumetric [12].

2.3.1. Gravimetric method

The gravimetric method consists of the determination of the following parameters: density,

amount of organic matter, amount of mineral matter, moisture and the amount of dry matter.

Density

A glass vessel of 1 liter of volume is filled with organic waste without settlement and weighed on the scales. The average density (ρ in kg/m^3) is calculated according to the following formula

$$\rho = \frac{m}{v} \#(1)$$

Organic Matter

The determination of the rate of organic matter (MO) for each substrate consists of placing a sample of 20 g of each substrate in the oven for 24 hours at 70°C . And then the calcination of samples of the 3g previously dried for 2 hours in the incinerator. The rate of organic matter is determined according to

$$\text{MO} = \frac{\text{Msec} - \text{MSI}}{\text{Msec}} \times 100 \#(2)$$

where Msec is the weight (in g) before calcination and MSI the weight (also in g) after calcination.

Mineral matter

After 6 hours in incinerator, an inorganic residue is obtained. This mass of the waste calcined at 600°C (MSI) is the mineral matter. Measuring the weight of the fraction of residual ash by the loss on ignition allows us to determine the percentage of the mineral contained in the waste. The mineral matter is determined by the equation

$$\text{MM} = \frac{\text{MSI}}{\text{Msec}} \times 100 \#(3)$$

Relative humidity

The majority of protocols determine moisture by drying at temperature of 105°C to a constant weight. The moisture percentage of the different organic wastes is determined by the difference of weight of the sample before and after drying until the stabilization of the mass by formula [2]

$$H = \frac{\text{MSo} - \text{Msec}}{\text{Mo}} \times 100 \#(4)$$

where MSO is the initial mass of the sample, Msec the mass of the dried sample, $M_{H_2O} = \text{MSo} - \text{Msec}$, the mass of water contained in the sample.

Organic matter rate in the dry matter

The organic matter content in the dry matter and in the initial substrate (MSO) are respectively determined by the relations

$$\% \text{MO} / \text{MS} = \frac{\text{MO}}{\text{MS}} \times 100 \#(5)$$

$$\% \text{MO} / \text{MSO} = \frac{\text{MS} - \text{MM}}{\text{MSO}} \times 100 \#(6)$$

2.3.2. Volumetric method

The volumetric method consists of determining the organic carbon and nitrogen content.

Organic carbon rate

The organic carbon content in the sample was determined according to the content of organic matter according to the standard (NF44-161) by the relation [11]

$$\% \text{C} = \frac{\% \text{MO}}{1.725} \#(7)$$

Nitrogen rate

The total nitrogen content was determined by digesting 1g of the sample with concentrated sulfuric acid in the presence of a catalyst (*copper sulphate plus sodium sulphate*) for 2 hours then distillation and titration of the ammonia released with a sulfuric acid solution of normal 0.02 concentration. En we use the relation

$$\% \text{N} = V_{\text{titr}} \times 0.195 \times M_{\text{pes}} \#(8)$$

where V_{titr} is the titration volume in (ml/g), M_{pes} is the test mass in (g/ml).

The analysis of these samples was carried out at the Microbiology Laboratory of the National Control Office (ONCQ) of Matoto in Conakry. The results obtained were interpreted at the laboratory LEREA in UGANC and in Mamou.

2.3.3. Experimental procedures

The determination of the densities consisted in filling a container of volume of waste ($v=1$ liter) without settlement and then weighed on balance. This amount of initial substrate is dried successively in the oven in five steps. Knowing the different masses (in g) we applied the formula (1) to calculate the different densities (ρ in kg/m^3), so the density of the substrate is the average of the densities coming from the five experiences.

The determination of the other parameters consists in carrying out successively five experiments on the same sample of 3 g of each type of substrate, until a constant mass of the sample is obtained. These experiments consist of successively introducing the dried 3 g sample into

the muffle furnace and removing it after each hour, this operation is carried out 5 times on the same sample until a constant mass (MSI) is obtained which corresponds to the value of the fifth experiment.

At each operation, the MS is determined by weighing, the other parameters are determined by all the above relations. The averages of the five experiments represent the values of the physicochemical parameters of the substrate [11].

2.3.4 The method of production of biogas

This research concerns the determination of the amount of biogas contained in 1.5 kg of each type of substrate (*cow dung and droppings*) and the mixture of both substrates (*co-digestion*) in the proportion of one (0.75kg) each. We simultaneously used 3 plastic bottles of 5 liters as digesters, they were filled up to 3/4 of their volume respectively by the two types of substrate and their mixture. These samples were diluted in 2 liters of water each. These three digesters have been each connected to an air chamber (*gasometer*) through the flexible hoses of 8mm interior diameter.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Results and discussion of the characterization of animal wates

The tables below present the results obtained during the process of characterizing animal waste.

The results obtained show that the dry matter rates of the cow dung and droppings samples (57% and 65%) are relatively high compared to those given by [13] and [14] or 15% for cow dung and 30% for hen droppings.

The MO rate of cow dung 54% MS and quite close to the result as reported by [14], ie 55% MS, and the MO rate of the hen droppings is 65% MS, results obtained by [10] is some 60% MO.

The carbon and nitrogen contents of the waste for cow dung 31% and for droppings 36% respectively, the ratios of carbon and nitrogen (C/N) for these wastes are respectively 21 and 20. These results show that the C/N ratios of cow dung and hen droppings are close of the litterature. For some authors a ratio of 25/30 is considered optimal for anaerobic digestion, while for others, C/N ratios between 20 and 30 were critical for the stability of conversion processes, [4, 7].

Table 1: Characteristics of cow dung

Sample	(MSo)g	MSec(g)	MSI(g)	H(%)	MS(%)	MO(%)	kg/m ³
1	3	2.25	0.63	25.00	75.00	72	1000.00
2	3	2.2	0.63	26.66	73.34	71	750.00
3	3	2	0.63	33.33	66.67	69	666.00
4	3	1.45	0.63	51.66	48.33	58	500.00
5	3	0.625	0.63	79.17	20.83	-	208.00
Average	3	1.72	0.63	43	57	54	625.00

Table 2: Characteristics of droppings

Sample	(MSo)g	MSec(g)	MSI(g)	H(%)	MS(%)	MO(%)	kg/m ³
1	3	2.63	0.5	13.00	87.00	72	333.00
2	3	2.44	0.5	18.00	82.00	71	291.67
3	3	2.25	0.5	25.00	75.00	69	270.83
4	3	1.55	0.5	48.33	51.67	58	208.33
5	3	1.88	0.5	38.00	62.00	-	250.00
Average	3	2.14	0.5	35	65	62	271.00

Table 3: Chemical characterization of cow dung

Experiment	Vtit(ml/g)	MSec(g/ml)	C(%)	N(%)	C/N
1	45	1.5	42	1.46	28.50
2	5.00	1.5	41	1.46	28.30
3	5.00	1.5	40	1.46	27.20
4	5.00	1.5	30	1.46	23.00
5	5.00	1.5	-	1.46	-
Average	5.00	1.5	31	1.46	21.40

Table 4: Chemical characterization of droppings

Experiment	Vtit(ml/g)	MSec(g/ml)	C(%)	N(%)	C/N
1	5.00	1.88	47	1.83	25.66
2	5.00	1.88	46	1.83	25.00
3	5.00	1.88	45	1.83	25.00
4	5.00	1.88	43	1.83	23.00
5	5.00	1.88	-	1.83	-
Average	5.00	1.88	36	1.83	20.00

Table 5: Physico-chemical characteristics of the 2 wastes compared

Type of waste	H(%)	MS(%)	MO(%)	MV(kg/m ³)	C(%)	N(%)	C/N
Cow dung	43	57	54	625	31	1.46	21.40
Droppings	35	65	62	271	36	1.83	20.00

3.2. Results and discussion of the biogas production

The table below illustrate the results obtained during the process of experiments animal wastes, with:

Table 6: Biogas produced by intrans (in liters)

Sample	(MSo)g	MSec(g)	MSI(g)	H(%)	MS(%)	MO(%)	kg/m ³
1	3	2.25	0.63	25.00	75.00	72	1000.00
2	3	2.2	0.63	26.66	73.34	71	750.00
3	3	2	0.63	33.33	66.67	69	666.00
4	3	1.45	0.63	51.66	48.33	58	500.00
5	3	0.625	0.63	79.17	20.83	-	208.00
Average	3	1.72	0.63	43	57	54	625.00

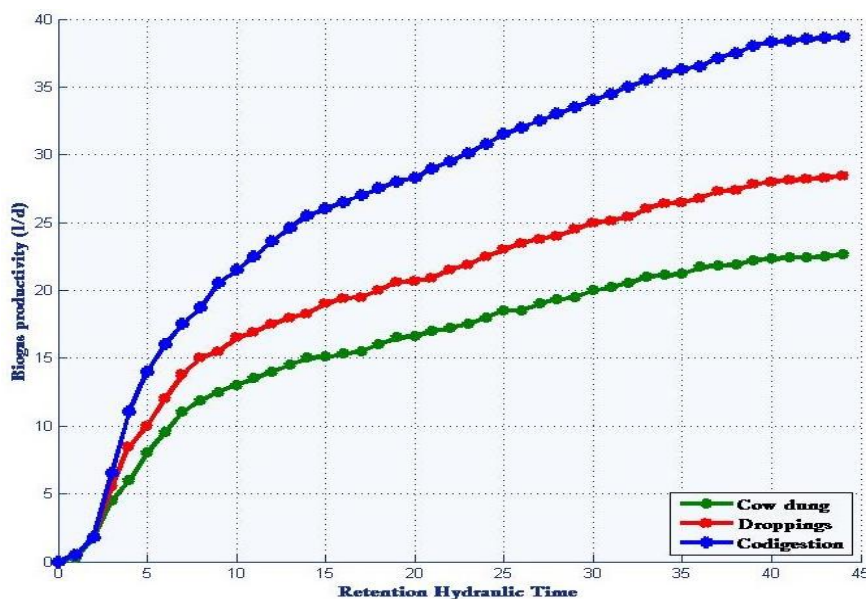


Fig. 4. Kinetics of cumulative biogas (Liter/day)

Biogas production started on the 3rd day after the digester load and lasted 45 days. The biodegradation of organic substrate into gaseous compounds occurs as follows:

(i) over a period of 45 days, 50% of the total volume of gas is produced in 9 days with a maximum on the 9th day of fermentation;

(ii) the continuous fermentation process from the 10th to the 45th day. After 45 days of methanation in a temperature range of 27°C to 28°C, the amount of biogas for droppings is 28.4 liters, higher than that of cow dung 22.6 liters. Co-digestion gives a higher value 38.7 liters. On average, the daily specific biogas production of the different animal wastes is: cow dung (0.50 liter/day), droppings (0.63 liter/day) and finally co-digestion (0.86 liter/day) at an average temperature of 28°C. The results of the literature give an average production of 18 liters to 20 liters for cow dung and 19 liters to 40 liters for the droppings [1].

4. CONCLUSION

This research shows the importance of the knowledge of certain physico-chemical parameters of wastes in order to improve their productivity in biogas. This study also documents the fact that co-digestion is a factor of optimization of biogas production by anaerobic digestion. Future work tries to improve all these experimental procedures which were described in this paper. One of the objectives is to be able to deliver to decision makers reliable quantitative evaluation of energetic potentialities of animal wastes, and other waste types, too. Ongoing work also concerns modeling of dynamics of

anaerobic digestion [6, 17] of animal wastes which are produced in the area of Mamou.

ACKNOWLEDGEMENT: *The French Embassy in Guinea is acknowledged for their financial support of Younoussa Moussa Baldé.*

REFERENCES

1. Aboubakar, Z. Boli and C.M.F. Mbofung, Etude du potentiel biogaz des déjections animales: bouses de bovins et fientes de volailles d'un centre zootechnique à Maroua - Cameroun, *Revue des Energies Renouvelables*, 19 (2016), 447-464.
2. Amaranth, João Alberto Lima, Biomethanization of Municipal Putrescible Waste-Available Technologies and Challenges for Quebec. University of Sherbrooke, 99 (2010).
3. Castaing, J., P. Pouech and R. Coudure, Digestion anaérobie anaérobique de lisiers de porc en mélange avec les déchets agro-industriels, *Journée de la Recherche Porcine*, 34 (2002), 195-202.
4. Claire Chottier, Composés Organiques Volatils du Silicium et sulfured'hydrogène - Analyse - Traitement - Impact sur la valorisation des biogaz, <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00715818>, 2012, 38-41.
5. De Baere, L. Will, Anaerobic digestion of solid waste survive in the future, *Water Science and Technology*, 200(2006), 187-194.
6. Dinova, N., M. Belouhova, I. Schneider and Y. Topalova, Functional control of the technologies for biogas production, *Ecological Engineering and Environment Protection*, 1 (2016), 52-64.
7. Gunaseelan, V. N. Regression models of ultimate methane yields of fruits and vegetable solid wastes, sorghum and napiergrass on chemical composition, *Bioresource Technology*, 98 (2007), 1270-1277.

8. Held, C., M. Wellacher, K. Robra, G.M. Gubitz, Two-stage anaerobic fermentation of organic waste in CSTR and UFAF-reactors, *Bioresource Technology*, 81 (2002), 19-24.
9. Kabaivanova, L., I. Simeonov, D. Denchev, S. Mihaylova, V. Hubenov, R. Nikolova and D. Todorova, Thermochemical pretreatment of lignocellulosic substrates for anaerobic digestion at mesophilic and thermophilic conditions, *Ecological Engineering and Environment Protection*, 2(2016), 42-49.
10. Lacour, J., R. Bayard, E. Emmanuel, R. Gourdon, Evaluation du potentiel de valorisation par digestion anaérobie des gisements de déchets organiques d'origine agricole et assimilés en Haïti, *Déchets - Revue Francophone d'Écologie Industrielle*, 60 (2011).
11. M'Sadak, Y. and A. Ben M'Barek, Caractérisation quantitative du digestat solide de la biométhanisation industrielle des fientes avicoles et alternatives de son exploitation agronomique hors sol, *Revue des Energies Renouvelables*, 16(2013), 33-42.
12. M'Sadak, Y. and A. Ben M'Barek, and L. Tayachi, Possibilités d'Incorporation du Méthacompost Avicole dans la Confection des Substrats de Culture à Base de Compost Sylvicole en Pépinière Forestière, *Revue Nature et Technologie*, 6 (2012), 59-70.
13. Parra, R., A. Escobar, Use of fibrous agricultural residues (FAR) in ruminant feeding in Latin America. In: *FAO. Better utilization of crop residues and by-products in animal feeding: research guidelines - State of knowledge*. Rome, 1985, pp. 213.
14. Parra, R., A. Escobar, E. Gonzalez, El potencial de los recursos agrícolas fibrosos. *Jornadas Agronomicas, Maracay, Venezuela*, 11(1977), 12-15.
15. Rakotoniaaina, V.A., Co-méthanisation des déchets fermiers et alimentaires: experimentation et modelisation, thèse Université de la Réunion, 2012.
16. Traoré, D., D. Dianou and A. S. Traoré, Biomethane Potential of Some Agroresources in Burkina Faso: Case Study of Vegetable Residues, Pig Manure, Mango Waste and Bovine Manure, *Journal of Advances in Biology and Biotechnology*, 15 (2017), 1-11.
17. Ward, A.J., P.J. Hobbs, P.J. Holliman, D.L. Jones, Optimisation of the anaerobic digestion of agricultural resources. *Bioresource Technology*, 99(2008), 7928-7940.
18. Yong, Zihan, Yulin Dong, Xu Zhang and Tianwei Tan, Anaerobic co-digestion of food waste and straw for biogas production, *Renewable Energy*, 78(2015), 527-530.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛНО ИЗСЛЕДВАНЕ НА ПОЛУЧАВАНЕТО НА БИОГАЗ ОТ КРАВЕШКИ И ПТИЧИ ТОР

Йонуса Муса Балде, Целу Канте, Сет Диоп, Сихем Тебани

Резюме. Настоящата статия е равностойна на продължаващата работа за производство на биогаз от животински отпадъци в LEREA (Лаборатория за обучение и научни изследвания в приложната енергетика) в Маму, Гвинея. Работата се състои в производство на биогаз чрез анаеробна биодегradация на кравешки тор и смеси от птичи и кравешки тор. В този доклад се фокусираме върху определянето на физико-химичните характеристики на експерименталната установка. Проведени бяха три експеримента на анаеробна биодегradация, като всеки един от тях бе с продължителност 45 дни при мезофилна температура (температурата се поддържа в диапазона 27° C - 28° C). Добивите на биогаз бяха както следва: 28.4 литра са получени от птичия тор, 22.6 литра от кравешкия тор и 38.7 литра от сместа на предишните две отпадъци. Физико-химичните характеристики за кравешкия тор са следните: влажност 43 %, сухо вещество 20.83 %, органична материя 57%, плътност 625 кг/м³, съдържание на въглерод 31%, съдържание на азот 1.46%, съотношение въглерод/азот 21/30. За птичия тор те са: влажност 35 %, сухо вещество 65 %, органична материя 62 %, плътност 250 кг/м³, съдържание на въглерод 36%, съдържание на азот 1.83%. Тези характеристики са получени от проба от 3 г от всеки субстрат. Получените резултати са подобни на известните от литературата.

Ключови думи: анаеробна биодегradация, моно- и смесени субстрати, физико-химични характеристики, кравешки тор, птичи тор, метанизация

Sette Diop and Sihem Tebbani

Laboratoire des signaux & systèmes
CNRS – CentraleSupélec – Université Paris-Sud –
Université Paris Saclay
3 rue Joliot Curie
91192 Gif sur Yvette cedex, France
E-mails: Diop@L2S.CentraleSupélec.fr,
Sihem.Tebbani@CentraleSupélec.fr

Younoussa Moussa Baldé

Laboratoire d'enseignement et de recherche en énergétique
appliquée et the Laboratoire des signaux & systèmes.
E-mail: YouMoussa.Balde@L2S.CentraleSupélec.fr

Cellou Kanté, Director

Institut supérieur de technologie de Mamou
Laboratoire d'enseignement et de recherche en
énergétique appliquée
Université Gamal Abdel Nasser de Conakry (UGANC)
BP 063Mamou, Guinea
E-mail: CelKante@yahoo.fr

B | Le modèle ADM1

B.1 Description du modèle de digestion anaérobie ADM1

Le modèle ADM1 est un modèle mathématique mettant en œuvre les différentes étapes réactionnelles de la conversion de la matière organique particulaire en CO_2 , CH_4 et en matières inertes à travers des processus physico-chimiques et biologiques. Les mécanismes de solubilisation extracellulaire sont divisés en une étape de désintégration et une étape d'hydrolyse.

La première est considérée comme une réaction de déstructuration qui consiste à convertir la matière organique complexe en protéines, glucides, lipides et matières inertes.

La seconde est une hydrolyse enzymatique des composés biochimiques particuliers en acides aminés, sucres simples et acide gras long chaîne (AGLC). Elle permet de décrire la dégradation de substrats purs tels que la cellulose, l'amidon ou les protéines. Les étapes intracellulaires incluses dans la structure du modèle sont les suivantes :

- l'acidogénèse qui est la conversion des sucres simples ou des acides aminés en AGV et en hydrogène, les AGLC sont oxydés pour produire de l'acétate et de l'hydrogène ;
- l'acétogénèse où le propionate, le butyrate et le valérate sont convertis en acétate et en hydrogène ;
- la méthanogénèse acétoclastique au cours de laquelle le méthane est produit par clivage de l'acétate en CH_4 ;
- la méthanogénèse hydrogénophile qui est la réduction du dioxyde de carbone par l'hydrogène pour produire du méthane.

Le modèle ADM1 compte 26 ou 32 variables d'état permettant ainsi de décrire le comportement dynamique des différentes réactions. L'ensemble des variables de l'ADM1 s'expriment en kgDCO.m^{-3} ou gDCO.l^{-1} , et le bilan est mis en DCO. L'azote et le carbone inorganiques s'expriment en leurs concentrations molaires respectives, kmol.m^{-3} . Il est à retenir que les composés particuliers sont représentés avec un X , il s'agit des composés organiques particuliers et des micro-organismes actifs qui ne peuvent pas traverser la paroi cellulaire des bactéries.

Les espèces microbiennes incluses dans le modèle sont les microorganismes dégradant les sucres simples, X_{su} , les acides aminés, X_{aa} , les AGLC, X_{fa} , le butyrate et le valérate, X_{c} , le propionate, X_{pro} , l'acétate, X_{ac} et l'hydrogène, X_{h_2} .

La mortalité des microorganismes actifs est incorporée dans le modèle. Les cellules mortes retournent en entrée du modèle dans la fraction X_{c} (composites) qui est elle-même convertie en protéines X_{pr} , glucides X_{ch} et en lipides X_{li} .

Le modèle ADM1 se présente sous la forme d'un système d'équations différentielles

ordinaire (ODE) et algébriques (DAE) avec 33 variables en régime permanent (substrats, intermédiaires de réaction et produits gazeux, c'est-à-dire le méthane, l'hydrogène, le dioxyde de carbone en phase liquide et gazeuse) et 105 paramètres stœchiométriques et cinétiques. Le logiciel Matlab/Simulink a été utilisé comme outil de simulation [94].

B.1.1 Structure des processus biochimiques

Le modèle de digestion anaérobie inclut trois principales étapes intracellulaires (acidogénèse, acétogénèse et méthanogénèse). Les étapes extracellulaires de désintégration et d'hydrolyse sont montrées sur la Figure B.1.

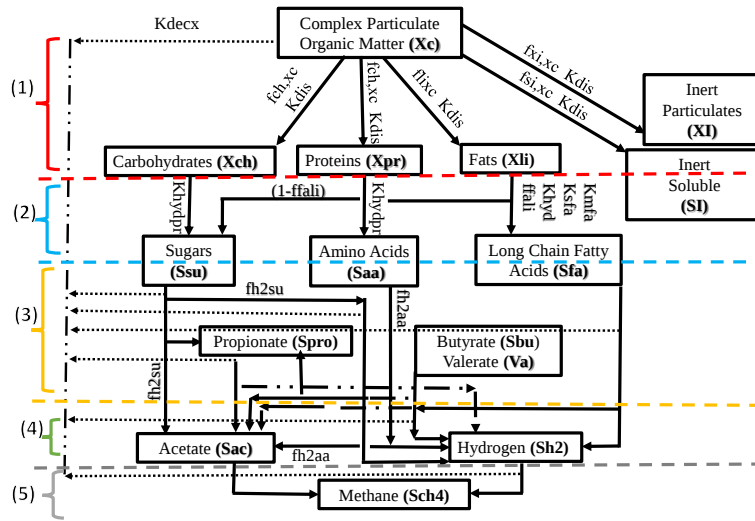


FIGURE B.1 – Représentation schématique de la digestion anaérobie

Les différentes phases de la méthanisation sont décrites de la manière suivante :

Désintégration et l'hydrolyse : La désintégration et l'hydrolyse sont des processus biologiques extracellulaires. Elles permettent, la solubilisation des molécules complexes en des monomères utilisables en biomasse. La dépolymérisation de ces macromolécules conduit à la formation de sucres simples, d'acide aminés (AA) et d'acides gras à longues chaînes (LCFA).

Acidogénèse : L'acidogénèse est la seconde étape du processus de conversion de la matière organique, elle transforme les produits de l'étape d'hydrolyse en acide gras volatils (AGV).

Acétogénèse : L'acétogénèse est l'étape biochimique de formation d'acétate de dioxyde de carbone et d'hydrogène à partir de la phase d'hydrolyse jusqu'à la phase d'acidogénèse.

Méthanogénèse : La méthanogénèse est la dernière étape du processus de conversion de la digestion anaérobie, et elle consiste à transformer l'acétate, l'hydrogène et le dioxyde de carbone en méthane CH_4 [98].

B.1.2 Processus physico-chimiques

Les processus physico-chimiques sont inclus dans la digestion anaérobie, le système physico-chimique peut être défini comme un processus non biologique qui se déroule dans les biodigesteurs qui fonctionnent en absence d'oxygène (anaérobies) et donc ils sont intégrés dans le modèle. Ces processus décrivent principalement les

phénomènes physiques et les réactions chimiques, comme le transfert de gaz, la précipitation et les réactions acido-basiques.

— Réactions acido-basiques

Du fait que l'inhibition du potentiel hydrogène (pH) est incorporée dans le modèle, le comportement du pH doit être vérifié. La détermination du pH dans le modèle se fait par la résolution de l'équation de l'équilibre des charges.

$$\sum S_{c+} = \sum S_{A+} \quad (\text{B.1})$$

$\sum S_{c+}$ représente l'ensemble des cations et $\sum S_{A+} = 0$ représente l'ensemble des anions. Le bilan de charge mis en œuvre par l'association internationale de l'eau est monté comme B.2.

$$S_{\text{cat}+} = S_{NH^+} + S_{H^+} - S_{HCO_3^-} - \frac{S_{AC^-}}{64} - \frac{S_{Pr^-}}{112} - \frac{S_{Bu^-}}{160} - \frac{S_{Va^-}}{208} - S_{OH^-} - S_{An^-} = 0 \quad (\text{B.2})$$

A partir de l'équation B.2, on peut calculer la concentration des ions H^+ comme l'équation B.3.

$$S_{H^+} = \frac{\theta}{2} + \frac{1}{2}\sqrt{\theta^2 - K_w} \quad (\text{B.3})$$

Où

$$\theta = S_{\text{cat}+} + S_{NH^+} - S_{HCO_3^-} - \frac{S_{AC^-}}{64} - \frac{S_{Pr^-}}{112} - \frac{S_{Bu^-}}{160} - \frac{S_{Va^-}}{208} - S_{An^-} - S_{NH^+} = S_{IC} - S_{NH_3} \quad (\text{B.4})$$

$$S_{CO_2} = S_{IC} - S_{HCO_3^-} \quad (\text{B.5})$$

En effet, le pH peut être déterminé comme le montre l'expression (B.6).

$$pH = -\log(S_{H^+}) \quad (\text{B.6})$$

— Transferts liquide-gaz

La phase gazeuse en contact avec la phase liquide va atteindre un état stable. Lorsque la phase liquide est relativement diluée, la loi d'Henry peut être utilisée pour décrire la relation d'équilibre, comme le montre B.7 :

$$K_{HP_{\text{gaz},i,ss}} - S_{\text{liq},i,ss} = 0 \quad (\text{B.7})$$

- $P_{\text{gaz},i,ss}$, la pression de la phase gazeuse à l'état d'équilibre du composant i ;
- $S_{\text{liq},i,ss}$, la concentration de la phase liquide à l'état d'équilibre pour le composant i ;
- K_H est le coefficient de la loi d'Henry.

Il est possible de déterminer le taux de transfert massique spécifique d'un gaz i à partir de la relation décrit comme l'expression B.8 :

$$\rho_{T,i} = k_{La} (S_{\text{liq},i} K_{HP_{\text{gaz},i}}) \quad (\text{B.8})$$

L'ensemble du taux de transfert des composés gazeux est présenté dans la matrice de transfert liquide-gaz de Petersen. Les étapes extracellulaires sont identifiées comme des cinétiques du premier ordre. Les étapes intracellulaires sont décrites selon trois expressions : croissance, mort et consommation. L'ensemble des processus est alors exprimé sous forme de matrice appelée matrice de Petersen [98]. La matrice de Peterson est la structure la plus largement répandue, elle est assez flexible pour élaborer les modèles chimiques et biologiques.

Une ligne représente un processus qui est listé dans la colonne à gauche de la matrice, l'indice j est associé à chaque processus qui varie de 1 à 19, par contre une colonne correspond à un composant qui est listé du côté supérieur du tableau par leurs symboles et du côté inférieur par leurs noms et unités. Les expressions des cinétiques pour chaque processus sont marquées dans la colonne à droite de la matrice notée (ρ_j) .

Les coefficients stœchiométriques $v_{i,j}$ font ressortir le rapport de masse entre le composant dans les processus, le signe $(-)$ pour représenter la consommation et le signe $(+)$ pour la production. Parfois les paramètres stœchiométriques sont représentés par le taux de conversion de chaque substrat en biomasse. Il existe 19 processus biochimiques dans le modèle ADM1, les quatre premiers processus sont la désintégration et l'hydrolyse, la cinétique adoptée dans cette étape et la cinétique du 1^{er} ordre exprimée comme par la relation B.9.

$$\rho_i = k_j X_i \quad (\text{B.9})$$

Avec :

- ρ_i : taux de consommation du substrat i , kgDCO.m^{-3} ;
- k_j : paramètre cinétique du composé particulier i , j^{-1} ;
- X_i : composé particulier i , kgDCO.m^{-3} .

Le paramètre K_{dec} est utilisé pour la désintégration, par contre les paramètres $K_{\text{hy,ch}}$, $K_{\text{hyd,pr}}$ et $K_{\text{hyd,li}}$ sont utilisés pour l'hydrolyse des carbohydrates (ch), des protéines (pr) et les lipides (li) respectivement.

Après la désintégration et l'hydrolyse viennent trois autres étapes : l'acidogénèse, l'acétogénèse et la méthanogénèse des processus 5 à 12 qui représentent les processus de consommation du substrat. Sept (7) espèces sont impliquées dans les 3 étapes, à savoir les espèces utilisées dans la dégradation des sucres, des acides aminés, des AGLC, de valérate, de butyrate, de propionate, d'acétate ainsi que l'hydrogène. La cinétique pour la description du taux de consommation du substrat est de la forme B.10[69] :

$$\rho_j = K_{m,j} \frac{S_i}{K_{S,j} + S_i} X_i I_{i,j} \quad (\text{B.10})$$

Avec :

- ρ_j : taux de réaction du processus j en $(\text{kgDCO.m}^{-3}\text{j}^{-1})$;
- $K_{m,j}$: taux spécifique maximale de consommation du processus j en (j^{-1}) ;
- $K_{S,j}$: concentration de demi-saturation du processus j en (kgDCO.m^{-3}) ;
- S_i : composant soluble du substrat utilisé en (kgDCO.m^{-3}) ;
- X_i : composant particulière de la biomasse en (kgDCO.m^{-3}) ;
- $I_{i,j}$: fonction d'inhibiteur i au processus j en (kgDCO.m^{-3}) .

L'étape indispensable du processus biochimique est la dissolution de la biomasse des 7 dernières espèces, du processus 13 à 19. Elle est décrite comme des cinétiques du 1^{er} ordre, d'où l'utilisation de la même formule donnée dans le processus de désintégration et d'hydrolyse. Il est de même que les $K_{\text{dec},i}$ représentent le taux de désintégration des espèces différentes.

Ainsi, le modèle comporte 24 variables dynamiques et 19 processus biochimiques. Ils ont été implémentés dans la matrice de Petersen. Les processus 1 à 4 sont la désintégration et l'hydrolyse, les processus 5 à 12 sont les processus de consommation du substrat et les 7 derniers processus de 13 à 19 sont la disparition de la biomasse des 7 espèces. Cette matrice nécessite l'utilisation de 55 paramètres parmi lesquels des constantes de demi-saturation K_S , des taux de consommation du substrat K_m et des constantes d'inhibition (K_I) [69] :

B.1.3 Taux d'inhibitions

Différentes inhibitions sont prises en compte dans le modèle afin de considérer l'influence du pH, de l'hydrogène, de l'ammoniac et d'une insuffisance en azote inorganique. Celles-ci sont reportées dans la référence [109].

B.2 Mise en équation du modèle ADM1

B.2.1 Variables d'états dynamiques

Le modèle ADM1, se compose d'un système d'équations algébro-différentielles (DAE), de 35 équations différentielles et d'une équation algébrique. 29 variables d'états sont en fait des concentrations dans la phase liquide et la phase gazeuse qui sont mentionnés dans les Tableaux B.1 et B.2. Les 6 autres variables représentent des concentrations ionisées et sont listés dans le tableau B.3.

TABLE B.1 – Composés dans la phase liquide du modèle ADM1

i	Description	i	Description
1	Monosaccharides (S_{su})	2	Acides aminés (S_{aa})
3	Acides gras longue chaines (S_{fa})	4	Valérate (S_{va})
5	Butyrate (S_{bu})	6	Propionate (S_{pro})
7	Acétate (S_{ac})	8	Hydrogène (S_{h2})
9	Méthane (S_{ch4})	10	Carbone inorganique (S_{ic})
11	Azote inorganique (S_{in})	12	Solubles Inertes (S_i)
13	Composite (X_c)	14	Glucides (X_{ch})
15	Protéine(X_{pr})	16	Lipides (X_{li})
17	Sucre dégradé (X_{su})	18	Acides aminés (X_{aa})
19	Acides gras longue chaines (X_{fa})	20	Valérate et Propionate (X_{c4})
21	Propionate dégradés (X_{pro})	22	Acides acétiques particuliers (X_{ac})
23	Hydrogène(X_{aa})	24	Particules inertes (X_i)
25	cations (S_{cat})	26	Anions (S_{an})

TABLE B.2 – Composés dans la phase gazeuse du modèle ADM1

i	Composés	Description
33	S_{gCO_2}	Dioxyde de carbone
34	S_{gCH_4}	Méthane
35	S_{gH_2}	Hydrogène

TABLE B.3 – Composés dans la phase gazeuse du modèle ADM1

i	Composés	Description
27	S_{Va^-}	Valérate
28	S_{bu^-}	Butyrate
29	S_{pro^-}	Propionate
30	S_{ac^-}	Acétate
31	S_{HCO_3}	Bicarbonate
32	S_{NH_3}	Amoniaque

B.2.2 Equations dynamiques

Ce paragraphe décrit la mise en équation du modèle ADM1. Le biodigester anaérobie est considéré comme un réacteur complètement agité à un seul étage (CSTR), ainsi le modèle utilisé est basé sur ce type de bioréacteur représenté par la figure B.2.

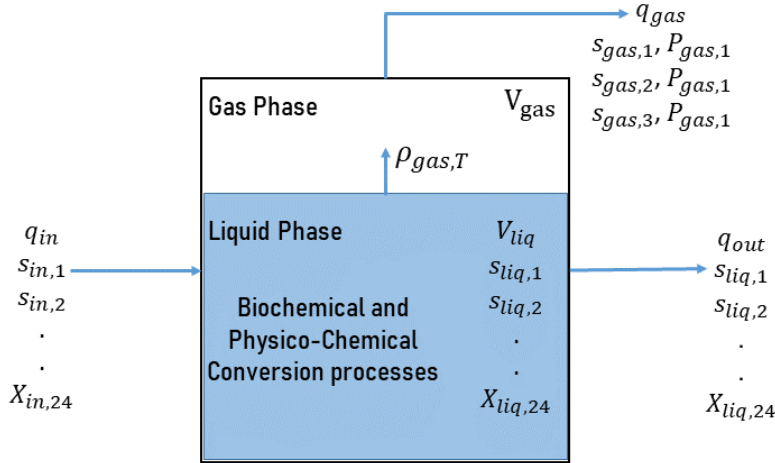


FIGURE B.2 – Digesteur anaérobie du type CSTR

D'après l'équation du bilan de matière, l'état de chaque composant dans la phase liquide peut être exprimé par l'équation B.11 :

$$\begin{cases} \frac{dS_{liq,i}}{dt} = \frac{Q_{in}}{V_{liq}}(S_{i,in} - S_i) + \sum_{j=1}^{19} \rho_j v_{i,j}, & i = 1 \dots 12 \\ \frac{dX_{liq,i}}{dt} = \frac{Q_{in}}{V_{liq}}(X_{i,in} - X_i) + \sum_{j=1}^{19} \rho_j v_{i,j}, & i = 1 \dots 24 \end{cases} \quad (B.11)$$

ρ_j est le taux de réaction du processus j et $v_{i,j}$ est le coefficient stœchiométrique du composant i impliqué dans le processus j , qui sont regroupés dans la matrice de Petersen. Dans le modèle ADM1, l'équilibre du carbone est considéré pour toutes les réactions biologiques pour empêcher toutes pertes dues aux différences dans les paramètres de fraction du modèle. Ceci est réalisé en définissant la teneur en carbone C_i dans tous les composants du modèle afin de satisfaire le bilan massique du carbone pour chaque réaction par le biais du carbone inorganique S_{ic} . En conséquence, pour toutes les réactions la stœchiométrie de S_{ic} est définie par l'équation B.12.

$$\forall : j = 1 \dots 19 \quad v_{10,j} = - \sum_{i=1-9}^{11-24} C_i v_{i,j} \quad (\text{B.12})$$

Avec C_i est la teneur en carbone du composant i .

De même, en définissant la teneur en azote N_i de tous les composants du modèle, l'équation B.13 est appliquée pour réaliser l'équilibre de l'azote.

$$\forall : j = 1 \dots 19 \quad v_{10,j} = - \sum_{i=1-9}^{12-24} N_i v_{i,j} \quad (\text{B.13})$$

Les bilans massiques du carbone et d'azote sont importants pour modéliser le système. Le carbone et l'azote inorganique sont sources de la concentration en bi-carbonate et en ammonium respectivement, comme indiqué dans [69]. L'expression mathématique pour les différents gaz en phase gazeuse est donnée comme B.14.

$$\frac{dS_{\text{gas},i}}{dt} = - \frac{Q_{\text{gas}}}{V_{\text{gas}}} S_i + \rho_{T,i} \frac{V_i}{V_{\text{gas}}} \quad i = 33, 34, 35 \quad (\text{B.14})$$

Avec V_{gas} est le volume total du gaz dans le réacteur et $\rho_{T,i}$ est la vitesse de transfert des gaz appropriés aux composantes (S_{gas} , CH_4 , S_{gas} , H_2 , S_{gas} , CO_2).

Où :

$$P_{\text{gas},\text{H}_2} = S_{\text{gas},\text{H}_2} \times \frac{R \times T_{\text{op}}}{16} \quad (\text{B.15})$$

$$P_{\text{gas},\text{CH}_4} = S_{\text{gas},\text{CH}_4} \times \frac{R \times T_{\text{op}}}{64} \quad (\text{B.16})$$

$$P_{\text{gas},\text{CO}_2} = S_{\text{gas},\text{CO}_2} \times R \times T_{\text{op}} \quad (\text{B.17})$$

$$P_{\text{gas}} = P_{\text{gas},\text{H}_2} + P_{\text{gas},\text{CH}_4} + P_{\text{gas},\text{CO}_2} \quad (\text{B.18})$$

$$Q_{\text{gas}} = k_p \times (P_{\text{gas}} - P_{\text{atm}}) \times \frac{P_{\text{gas}}}{P_{\text{atm}}} \quad (\text{B.19})$$

Avec k_p est le coefficient du flux de sortie, P_{atm} est la pression atmosphérique. Q_{gas} est la sortie du débit du biogaz, P_{gas} est la pression du biogaz donnée par la somme des pressions partielles de l'hydrogène, le méthane, le dioxyde de carbone et eau, ainsi on a l'expression B.20.

$$P_{\text{gas}} = S_{\text{gas}} - \text{H}_2 \frac{RT_{\text{op}}}{64} + S_{\text{gas}} - \text{CH}_4 - \frac{RT_{\text{op}}}{64} + S_{\text{gas}} - \text{CO}_2 RT_{\text{op}} + P_{\text{H}_2\text{O}} \quad (\text{B.20})$$

R étant la constante des gaz parfaits. Les équations différentielles de l'anion et le cation sont simplement définies par l'effet de dilution du réacteur, car ils sont non réactifs, ce qui donne l'équation B.21.

$$\frac{dS_{\text{liq},i}}{dt} = \frac{Q_{\text{in}}}{V_{\text{liq}}} (S_{i,\text{in}} - S_i), \quad i = 25, 26 \quad (\text{B.21})$$

Les dynamiques de l'acide dissocié et de l'ammoniac libre sont donnés par l'expression B.22 :

$$\frac{dS_{\text{liq},i}}{dt} = -\rho_{A,i}, \quad i = 27, \dots, 32 \quad (\text{B.22})$$

$\rho_{A,i}$ est le taux cinétique acide-base, il est suggéré dans (Batstone et al., 2002) [15]. Dans cette étude nous allons faire cas à deux types d'analyse de sensibilité : Analyse de sensibilité globale (indice de Sobol) et Analyse de sensibilité locale. La détermination de l'influence des paramètres sur les sorties a été déterminée grâce à une analyse de sensibilité. La fonction de sensibilité relative (RSF) a été utilisée.

B.3 Paramètres d'entrées du modèle ADM1

Le modèle mis en œuvre dans cette étude est le modèle ADM1 de (Batstone et al., 2002) [15]. L'ADM1 est un modèle structuré à base de la demande chimique en oxygène (DCO) qui décrit le processus de digestion anaérobie par un ensemble de processus biochimiques et physico-chimiques dans le biodigérateur (CSTR). Les processus biochimiques inclus dans le modèle ADM1 sont les suivants : la désintégration des composites (X_C) en hydrates de carbone (X_{ch}), les protéines (X_{pr}), les lipides (X_{li}) et les inertes soluble (S_I) ; particulaire (X_I), l'hydrolyse des glucides, les protéines et des lipides en sucres (S_{su}), les acides aminés (S_{aa}) et les acides gras à longue chaîne (LCFA) (S_{fa}), respectivement, l'acidogénèse des sucres et des acides aminés en acides gras volatils (AGV) valérate, (S_{va}) ; butyrate (S_{bu}) ; propionate, (S_{pro}) et en hydrogène, l'acétogénèse des AGV en acétate (S_{ac}), la méthanogénèse séparée de l'acétate et de l'hydrogène et du dioxyde de carbone et les processus correspondants à la décomposition de la biomasse pour les dégradants des sucres (X_{su}) ; les dégradants des acides aminés (X_{aa}) ; les dégradants des acides gras à chaîne courte (X_{fa}) ; les dégradants du valérate et du butyrate (X_{c4}) ; les dégradants du propionate (X_{pro}) ; les dégradants de l'acétate (X_{ac}) ; et les dégradants de l'hydrogène (X_{h2}).

Ces processus biochimiques sont décrits soit par des équations de taux de premier ordre, soit par des équations cinétiques de croissance de type Monod. Les équations de taux du premier ordre sont utilisées pour modéliser les processus de désintégration, d'hydrolyse et de décomposition. Les équations cinétiques de croissance de type Monod sont utilisées pour modéliser l'absorption de substrat dans les étapes acidogène, acétogène et méthanogène [15].

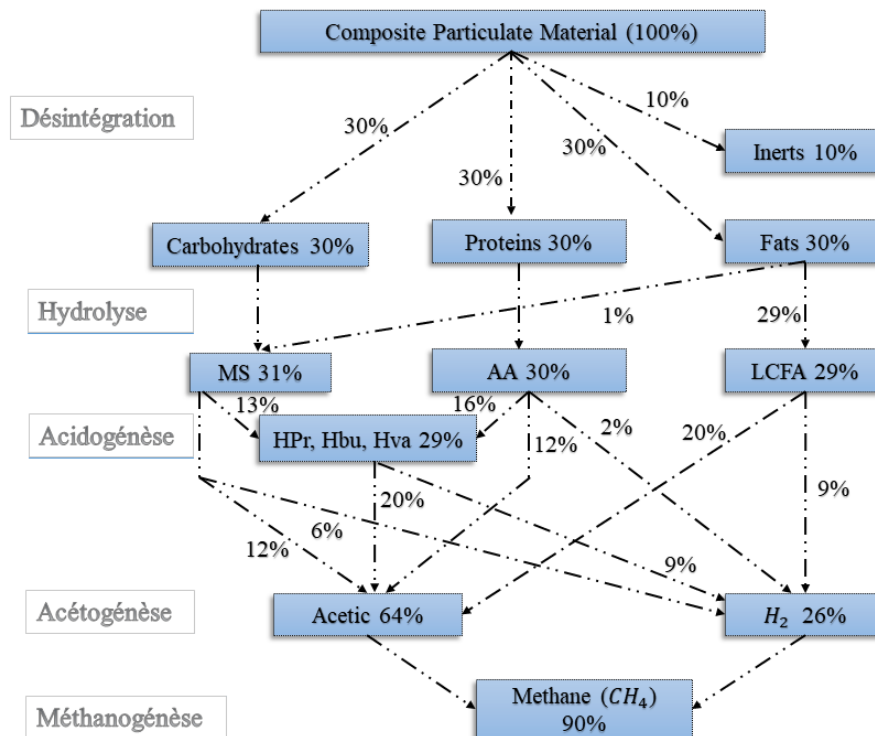


FIGURE B.3 – Processus biochimiques de la digestion anaérobie [15]

C | Notions d'observabilité

C.1 Notion d'observabilité

Considérons le système dynamique non linéaire décrit par la représentation d'état exprimée par C.1 :

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = f(x(t), u(t)) \\ y(t) = h(x(t)) \end{cases} \quad (\text{C.1})$$

Où $x \in \mathbb{R}^n$ est le vecteur d'état, $y \in \mathbb{R}^p$ est le vecteur des sorties mesurées, $u \in U \subset \mathbb{R}^m$ cela dénote le vecteur d'entrées, f et h sont les fonctions non linéaires avec les dimensions appropriées.

Observabilité globale : une entrée u définie sur $[0, T]$ rend l'expression C.1, observable si et seulement si : $x(0) \neq \bar{x}(0)$ quelconque, la sortie du système $y(x(0), u, t)$ n'est pas identique à la sortie $y(\bar{x}, u, t)$ pour $t \in [0, T]$. On affirme que u distingue tous les couples $(x(0), \bar{x}(0))$ dans le domaine de x .

Observabilité faible : l'état $x_1 \in \mathbb{R}^n$ est faiblement observable, s'il existe un voisinage de $V \subset \mathbb{R}^n$ contenant x_1 , tel que pour tout point $x_2 \in V$, les couples (x_1, x_2) sont distinguables et les trajectoires $x(t, x_1, u(t))$ et $x(t, x_2, u(t))$ évoluent à l'intérieur de V . Le système est faiblement observable sur $\mathbb{R}^n$ s'il l'est en tout point de $\mathbb{R}^n$.

Dans le cas d'un système linéaire, donné par :

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = Ax(t) + Bu(t) \\ y(t) = Cx(t) \end{cases} \quad (\text{C.2})$$

Pour deux conditions initiales distinctes $x(0) \neq \bar{x}(0)$ et une entrée u , à l'instant $t \in [0, T]$, nous pouvons décrire les trajectoires correspondantes de sortie comme C.3 :

$$\begin{cases} y(t) = Cx(t) = C \exp(At)x(0) + C \int_0^t \exp((t-s)A)Bu(s)ds \\ \bar{y}(t) = C\bar{x}(t) = C \exp(At)\bar{x}(0) + C \int_0^t \exp((t-s)A)Bu(s)ds \end{cases} \quad (\text{C.3})$$

Si $x(0) \neq \bar{x}(0)$, on a alors $y(t) - \bar{y}(t) = C \exp(At)(x(0) - \bar{x}(0)) \neq 0$. En conclusion, on peut noter que l'entrée u n'intervient pas dans la notion de l'observabilité du système.

En utilisant le théorème de *Cayley-Hamilton*, un critère de Kalman peut être démontré pour assurer l'observabilité de ce type de système. Ce critère consiste à vérifier si la matrice suivante est de rang complet [70, 71] :

$$\text{rang} \begin{pmatrix} C \\ CA \\ \vdots \\ CA^{n-1} \end{pmatrix} = n$$

L'observabilité des systèmes non linéaires est plus complexes à étudier. Le critère de Kalman n'est pas utilisable et il n'existe pas critère simple à appliquer. Il existe néanmoins des classes de systèmes non linéaires, avec des résultats pour étudier leur observabilité. Il est à noter que contrairement au cas linéaire, l'observabilité du système non linéaire dépend des entrées et des états. Donc, on peut perdre la propriété de l'observabilité pour certaines trajectoires du système.

C.2 Estimation

L'estimation des systèmes dynamiques s'intéresse au problème de reconstruction des états non accessibles $x(t)$ d'un système dynamique, en considérant seulement ses entrées $u(t)$ et ses sorties ou mesures $y(t)$ pour tout $t \geq t_0$. Si x désigne l'état (non mesuré) du système, $\hat{x}$ représente l'estimation de l'état faite par l'observateur. Le principe de l'observateur est présenté sur la [Figure C.1](#).

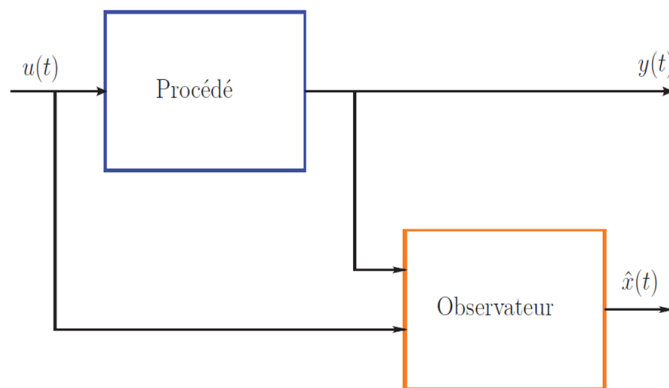


Figure C.1 – Schéma de principe d'un observateur

L'estimation de l'état se fait en recopiant de façon virtuelle la dynamique du système en prenant en compte non seulement la commande u , mais aussi les sorties du système (les mesures) y dans le but de corriger les écarts éventuels. Cela n'est possible que si le système est observable.

D | Observateur asymptotique

D.1 Notion d'observateur asymptotique

Pour les modèles bien connus, il est intéressant de développer des observateurs dont on peut régler la vitesse de convergence. Toutefois, les modèles des bioprocédés sont souvent mal connus, notamment les cinétiques de réactions. Dans ce cas, il y a une motivation à développer des observateurs à convergence asymptotique pour estimer les variables non mesurées. Cette classe d'observateurs pour les bioprocédés porte le nom d'observateurs asymptotiques et ont été introduits la première fois par [41].

- **Hypothèse 1** : la matrice des coefficients de rendement est connue ;
- **Hypothèse 2** : le nombre de mesures disponibles est supérieur ou égal au nombre de réactions biologiques. Le détail et la généralisation de cette approche est donnée dans [30, 42].

Nous nous contentons ici d'illustrer directement cette approche sur un exemple, celui du modèle à deux étapes (décrit dans la section 4.3.4). Supposons que S_1 et S_2 sont mesurées, que X_1 et X_2 ne sont pas mesurées et que μ_1 et μ_2 sont inconnues. Introduisons les combinaisons suivantes :

$$\begin{cases} Z_1 = S_1 + K_1 X_1 \\ Z_2 = S_2 + K_3 X_2 + \frac{K_2}{K_1} S_1 \end{cases} \quad (D.1)$$

Les dynamiques de Z_1 et Z_2 s'écrivent sous la forme suivante, qui ne dépend pas de μ_1 et μ_2 :

$$\begin{cases} \dot{Z}_1 = -DZ_1 + DS_{in1} \\ \dot{Z}_2 = -DZ_2 + DS_{in2} + \frac{K_2}{K_1} S_{in1} \end{cases} \quad (D.2)$$

D'où les équations de l'observateur :

$$\begin{cases} \dot{\hat{Z}}_1 = -D\hat{Z}_1 + DS_{in1} \\ \dot{\hat{Z}}_2 = -D\hat{Z}_2 + DS_{in2} + \frac{K_2}{K_1} S_{in1} \end{cases} \quad (D.3)$$

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

$$\begin{cases} \hat{X}_1 = \frac{1}{K_1} (\hat{Z}_1 - S_1) \\ \hat{X}_2 = \frac{1}{K_3} (\hat{Z}_2 - S_2 - \frac{K_2}{K_1} S_1) \end{cases} \quad (D.4)$$

Posons $e_1 = Z_1 - \hat{Z}_1$ et $e_2 = Z_2 - \hat{Z}_2$

D'où l'expression D.5 des dynamiques des erreurs d'estimation :

$$\begin{cases} \dot{e}_1 = -De_1 \\ \dot{e}_2 = -De_2 \end{cases} \quad (D.5)$$

E | Données expérimentales

E.1 Productivité du biogaz

TABLE E.1 – Débit de biogaz dans le cas de la bouse de vache

Temps jour	Q m^3j^{-1}	Temps jour	Q m^3j^{-1}	Temps jour	Q m^3j^{-1}
0	0	16	2.213	32	2.114
1	0.737	17	2.286	33	2.174
2	0.798	18	2.343	34	2.219
3	1.142	19	2.312	35	2.255
4	1.460	20	2.274	36	2.294
5	1.704	21	2.254	37	2.269
6	1.808	22	2.232	38	2.193
7	1.827	23	2.193	39	2.144
8	1.815	24	2.229	40	2.150
9	1.809	25	2.314	41	2.217
10	1.787	26	2.255	42	2.274
11	1.855	27	2.143	43	2.299
12	1.967	28	2.098	44	2.341
13	2.064	29	2.100	45	2.427
14	2.112	30	2.083	46	2.493
15	2.156	31	2.080	-	-

Bibliographie

- [1] N. ABAS, A. R. KALAIR et N. KHAN. “Review of fossil fuels and future energy technologies”. In : *Futures* 69 (2015), p. 31-49. DOI : [10.1016/j.futures.2015.03.003](https://doi.org/10.1016/j.futures.2015.03.003).
- [2] M. E. AFILAL, O. ELASRI et Z. MERZAK. “Caractérisations des déchets organiques et évaluation du potentiel biogaz”. In : *J. Mater. Environ. Sci* 5.4 (2014), p. 1160-1169. URL : https://www.jmaterenviromsci.com/Document/vol5/vol5_N4/144-JMES-808-2014-Afilal.pdf.
- [3] B. K. AHRING, éd. *Biomethanation I*. Advances in Biochemical Engineering/Biotechnology 81. Berlin-Heidelberg : Springer-Verlag, 2003. ISBN : 978-3-540-44322-3. DOI : [10.1007/3-540-45839-5](https://doi.org/10.1007/3-540-45839-5).
- [4] M. S. AL MAMUN et S. TORII. “Anaerobic co-digestion technology in solid wastes treatment for biomethane generation”. In : *International Journal of Sustainable Energy* 36.5 (2017), p. 462-472.
- [5] L. E. ALLISON. “Organic carbon”. In : *Methods of Soil Analysis: Part 2 Chemical and Microbiological Properties*. Sous la dir. de C. A. BLACK et al. Agronomy Monographs 9. Madison, WI : American Society of Agronomy, 1965, p. 1367-1378. ISBN : 978-0-89118-204-7. DOI : [10.2134/agronmonogr9.2.c39](https://doi.org/10.2134/agronmonogr9.2.c39).
- [6] Irini ANGELIDAKI et al. “Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops: a proposed protocol for batch assays”. In : *Water science and technology* 59.5 (2009), p. 927-934.
- [7] APHA. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. Washington D. C. : American Public Health Association, 2005. URL : <https://www.standardmethods.org>.
- [8] J. E. BAILEY et D. F. OLLIS. *Biochemical Engineering Fundamentals. Second Edition*. Singapore : McGraw-Hill, 1986. ISBN : 978-0-07-003212-5.
- [9] R. B. BAIRD, A. D. EATON et E. W. RICE, éd. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 23rd Edition*. Washington, DC : American Public Health Association, 2017. ISBN : 978-0-87553-287-5.
- [10] Y. M. BALDÉ et al. “An experimental study for the characterization of biogas production from cow dung and droppings”. In : *Ecological Engineering and Environment Protection* 1 (2019), p. 54-61. DOI : [10.32006/eeep.2019.1.5461](https://doi.org/10.32006/eeep.2019.1.5461).

- [11] Y. M. BALDÉ et al. "Estimation of the specific growth rate for the anaerobic digestion process". In : *MED'21 29th Mediterranean Conference on Control and Automation*. New York : IEEE Press, 2021. DOI : [10.1109/MED51440.2021.9480197](https://doi.org/10.1109/MED51440.2021.9480197).
- [12] Y. M. BALDÉ et al. "Modeling of a continuous anaerobic digestion of wastes". In : *24th International Conference on System Theory, Control and Computing, October 2020, Sinaia, Romania*. University of Craiova. Craiova, Romania, 2020, p. 596-601. DOI : [10.1109/ICSTCC50638.2020.9259735](https://doi.org/10.1109/ICSTCC50638.2020.9259735).
- [13] D. J. BATSTONE, J. KELLER et L. L. BLACKALL. "The influence of substrate kinetics on the microbial community structure in granular anaerobic biomass". In : *Water Research* 38.4 (juin 2004), p. 1390-1404. DOI : [10.1016/j.watres.2003.12.003](https://doi.org/10.1016/j.watres.2003.12.003).
- [14] D. J. BATSTONE, S. TAIT et D. STARRENBURG. "Estimation of hydrolysis parameters in full-scale anaerobic digesters". In : *Biotechnol. Bioengr.* 102.5 (2009), p. 1513-1520.
- [15] D. J. BATSTONE et al. "The IWA anaerobic digestion model No 1 (ADM1)". In : *Water Sci. Technol.* 45.10 (2002), p. 65-73. DOI : [10.2166/wst.2002.0292](https://doi.org/10.2166/wst.2002.0292).
- [16] Ibrahima BAYO et Mamby KEITA. "Evaluation of the quantity of biogas produced from the cow box in an experimental digester". In : *International Journal of Advance Research and Innovative Ideas in Education* 5 (2019), p. 441-445.
- [17] F. BENAOUIRA. "Evaluation de la qualité physico-chimique et bactériologique des eaux usées épurées destinées à l'irrigation (Cas de la Station d'épuration de M'sila)". Thèse de doct. Université Mohamed Boudiaf de M'Sila, 2016.
- [18] B. BENYAHIA. "Modélisation et observation des bioprocédés à membranes: application à la digestion anaérobie". Ph. D. dissertation. Montpellier, France : Université de Tlemcen, Algeria et Université de Montpellier 2, 2012. URL : <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02810196>.
- [19] O. BERNARD et al. "Dynamic model development and parameter identification for an anaerobic wastewater treatment process". In : *Biotechnol. Bioengr.* 75 (2001), p. 424-438. DOI : [10.1002/bit.10036](https://doi.org/10.1002/bit.10036).
- [20] Olivier BERNARD et Georges BASTIN. "On the estimation of the pseudo-stoichiometric matrix for macroscopic mass balance modelling of biotechnological processes". In : *Mathematical biosciences* 193.1 (2005), p. 51-77. DOI : [10.1016/j.mbs.2004.10.004](https://doi.org/10.1016/j.mbs.2004.10.004).
- [21] Piotr BIERNACKI et al. "Application of Anaerobic Digestion Model No. 1 for describing an existing biogas power plant". In : *Biomass and Bioenergy* 59 (2013), p. 441-447. DOI : [10.1016/j.biombioe.2013.08.034](https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2013.08.034).
- [22] F. BLUMENSAAT et J. KELLER. "Modelling of two-stage anaerobic digestion using the IWA Anaerobic Digestion Model No. 1 (ADM1)". In : *Water Research* 39.1 (2005), p. 171-183. DOI : [10.1016/j.watres.2004.07.024](https://doi.org/10.1016/j.watres.2004.07.024).

- [23] J. M. BREMNER et R. D. HAUCK. “Advances in methodology for research on nitrogen transformations in soils”. In : *Nitrogen in Agricultural Soils*. Sous la dir. de F. J. STEVENSON. Agronomy 22. Madison, WI : American Society of Agronomy, Inc., Crop Science Society of America, Inc., Soil Science Society of America, Inc., 1982, p. 467-502. ISBN : 978-0-89118-070-8. DOI : [10.2134/agronmonogr22.c13](https://doi.org/10.2134/agronmonogr22.c13).
- [24] K. BULKOWSKA et al. “ADM1-based modeling of anaerobic codigestion of maize silage and cattle manure – calibration of parameters and model verification (part II)”. In : *Archives of Environmental Protection* 41.3 (2015), p. 20-27. DOI : [10.1515/aep-2015-0027](https://doi.org/10.1515/aep-2015-0027).
- [25] J. CASTAING, P. POUECH et R. COUDURE. “Digestion anaérobie de lisiers de porcs en mélange avec des déchets agro-industriels”. In : *Journées de la Recherche Porcine* 34 (2002), p. 195-202. URL : <http://www.journees-recherche-porcine.com/texte/2002/02txtEnv/E0208.pdf>.
- [26] Cyrille CHARNIER et al. “Combining pH and electrical conductivity measurements to improve titrimetric methods to determine ammonia nitrogen, volatile fatty acids and inorganic carbon concentrations”. In : *Water research* 95 (2016), p. 268-279.
- [27] E. CHORUKOVA, S. DIOP et I. SIMEONOV. “On differential algebraic decision methods for the estimation of anaerobic digestion models”. In : *Proceedings of the Second International Conference on Algebraic Biology, AB 2007, Castle of Hagenberg, Austria*. Sous la dir. de H. ANAI, K. HORIMOTO et T. KUTSIA. Lect. Notes Comput. Sci. 4545. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007, p. 202-216. ISBN : 978-3-540-73432-1. DOI : [10.1007/978-3-540-73433-8_15](https://doi.org/10.1007/978-3-540-73433-8_15).
- [28] E. CHORUKOVA, S. DIOP et I. SIMEONOV. “On estimation problems of a 5-stage anaerobic digestion process”. In : *Joint CTS-HYCON Workshop on Nonlinear and Hybrid Control, Paris, France*. 2006.
- [29] A. CORTI et L. LOMBARDI. “Anaerobic Codigestion of source selected organic waste and sewage sludge”. In : *Memoirs from 11th International Waste Management and Landfill Symposium, Sardinia, Italy*. 2007, p. 599-600.
- [30] N. DAUTREBANDE et G. BASTIN. “Positive linear observers for positive linear systems”. In : *Proceedings of the European Control Conference*. Brussels, Belgium : European Union Control Association, 1999, p. 1092-1095. DOI : [10.23919/ECC.1999.7099454](https://doi.org/10.23919/ECC.1999.7099454).
- [31] L. DE BAERE. “Will anaerobic digestion of solid waste survive in the future?” In : *Water Sci. Technol.* 58.8 (2006), p. 187-194. DOI : [10.2166/wst.2006.249](https://doi.org/10.2166/wst.2006.249).
- [32] J. DE VRIEZE. “The next frontier of the anaerobic digestion microbiome: From ecology to process control”. In : *Environmental Sci. Ecotechnology* 3 (2020), Article 100032. DOI : [10.1016/j.ese.2020.100032](https://doi.org/10.1016/j.ese.2020.100032).
- [33] Jo DE VRIEZE. “The next frontier of the anaerobic digestion microbiome: from ecology to process control”. In : *Environmental Science and Ecotechnology* (2020), p. 100032. DOI : [10.1016/j.ese.2020.100032](https://doi.org/10.1016/j.ese.2020.100032).

- [34] M. L. DIALLO. *Identification des besoins en technologies d'atténuation des émissions des gaz à effet de serre*. Technical report. Conakry : Global Environment Facility, 2020. URL : <https://tech-action.unepdtu.org/wp-content/uploads/sites/2/2020/05/tna-attenuation-guinee.pdf>.
- [35] N. DIMITROVA et M. KRASTANOV. "Nonlinear adaptive control of a model of an uncertain fermentation process". In : *International Journal of Robust and Nonlinear Control: IFAC-Affiliated Journal* 20.9 (2010), p. 1001-1009.
- [36] N. DIMITROVA et M. KRASTANOV. "Nonlinear adaptive stabilizing control of an anaerobic digestion model with unknown kinetics". In : *International Journal of Robust and Nonlinear Control* 22.15 (2012), p. 1743-1752.
- [37] N. DIMITROVA et M. KRASTANOV. "Nonlinear stabilizing control of an uncertain bioprocess model". In : *International Journal of Applied Mathematics and Computer Science* 19.3 (2009), p. 441.
- [38] S. DIOP. "Differential algebraic decision methods, and some applications to system theory". In : *Theoret. Comput. Sci.* 98 (1992), p. 137-161. DOI : [10.1016/0304-3975\(92\)90384-R](https://doi.org/10.1016/0304-3975(92)90384-R).
- [39] S. DIOP, E. CHORUKOVA et I. SIMEONOV. "Modeling and specific growth rates estimation of a two-stage anaerobic digestion process for hydrogen and methane production". In : *IFAC PapersOnLine* 50.1 (2017), p. 13176-13181. DOI : [10.1016/j.ifacol.2017.08.2232](https://doi.org/10.1016/j.ifacol.2017.08.2232).
- [40] S. DIOP et M. FLIESS. "Nonlinear observability, identifiability, and persistent trajectories". In : *Proceedings of the IEEE Conference on Decision and Control*. New York : IEEE Press, 1991, p. 714-719. DOI : [10.1109/CDC.1991.261405](https://doi.org/10.1109/CDC.1991.261405).
- [41] D. DOCHAIN et G. BASTIN. *Online estimation and adaptive control of bioreactors*. Elsevier, 1990. DOI : [eBookISBN:9781483290980](https://doi.org/10.1016/B978-0-444-83290-9).
- [42] D. DOCHAIN, éd. *Automatique des Bioprocédés*. Paris : Hermes Science Publications, 2001. ISBN : 978-2-7462-0230-6.
- [43] D. DOCHAIN et P. A. V. VANROLLEGHEM. *Dynamical Modeling & Estimation in Wastewater Treatment Processes*. London : IWA Publishing, 2001. ISBN : 978-1900222501. DOI : [10.2166/9781780403045](https://doi.org/10.2166/9781780403045).
- [44] Denis DOCHAIN. *Automatic control of bioprocesses*. John Wiley & Sons, 2013. DOI : [10.1007/10_2012_167](https://doi.org/10.1007/10_2012_167).
- [45] Andres DONOSO-BRAVO et al. "Model selection, identification and validation in anaerobic digestion: a review". In : *Water research* 45.17 (2011), p. 5347-5364. DOI : [10.1016/j.watres.2011.08.059](https://doi.org/10.1016/j.watres.2011.08.059).
- [46] G. A. EKAMA, P. L. DOLD et G. v. R. MARAIS. "Procedures for determining influent COD fractions and the maximum specific growth rate of heterotrophs in activated sludge systems". In : *Water Sci. Technol.* 18.6 (1986), p. 91-114. DOI : [10.2166/wst.1986.0062](https://doi.org/10.2166/wst.1986.0062).
- [47] Y. FENG et al. "Implementation of the IWA anaerobic digestion model No.1 (ADM1) for simulating digestion of blackwater from vacuum toilets". In : *Water Sci. Technol.* 53.9 (2006), p. 253-263. DOI : [10.2166/wst.2006.273](https://doi.org/10.2166/wst.2006.273).

- [48] Boubaker FEZZANI et Ridha Ben CHEIKH. “Extension of the anaerobic digestion model No. 1 (ADM1) to include phenolic compounds biodegradation processes for the simulation of anaerobic co-digestion of olive mill wastes at thermophilic temperature”. In : *Journal of hazardous Materials* 162.2-3 (2009), p. 1563-1570. DOI : [10.1016/j.jhazmat.2008.06.127](https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.06.127).
- [49] Michel FLIESS et Cédric JOIN. “Model-free control”. In : *International Journal of Control* 86.12 (2013), p. 2228-2252.
- [50] X. FLOTATS, B. K. AHRING et I. ANGELIDAKI. “Parameter identification of thermophilic anaerobic degradation of valerate”. In : *Appl. Microbiol. Biotechnol.* 109.1 (2003), p. 47-62. DOI : [10.1385/ABAB:109:1-3:47](https://doi.org/10.1385/ABAB:109:1-3:47).
- [51] X. FLOTATS et al. “Identifiability study of the proteins degradation model, based on ADM1, using simultaneous batch experiments”. In : *Water Sci. Technol.* 54.4 (2006), p. 31-39. DOI : [10.2166/wst.2006.523](https://doi.org/10.2166/wst.2006.523).
- [52] H. V. GALAVA, I ANGELIDAKI et B. K. AHRING. “Kinetics and modeling of anaerobic digestion process”. In : *Biomethanation I*. Sous la dir. de B. K. AHRING. Advances in Biochemical Engineering/Biotechnology 81. Berlin-Heidelberg : Springer-Verlag, 2003, p. 57-93. ISBN : 978-3-540-44322-3. DOI : [10.1007/3-540-45839-5_3](https://doi.org/10.1007/3-540-45839-5_3).
- [53] H. N. GAVALA, I. ANGELIDAKI et B. K. AHRING. “Kinetics and modeling of anaerobic digestion process”. In : *Biomethanation I*. Sous la dir. de B. K. AHRING. Advances in Biochemical Engineering/Biotechnology 81. Berlin-Heidelberg : Springer-Verlag, 2003, p. 57-93. ISBN : 978-3-540-44322-3. DOI : [10.1007/3-540-45839-5_3](https://doi.org/10.1007/3-540-45839-5_3).
- [54] S. A. GHANIMEH et al. “Optimized anaerobic-aerobic sequential system for the treatment of food waste and wastewater”. In : *Waste Management* 71 (2018), p. 767-774. DOI : [10.1016/j.wasman.2017.06.027](https://doi.org/10.1016/j.wasman.2017.06.027).
- [55] G. de GIOANNIS et al. “Landfill gas generation after mechanical biological treatment of municipal solid waste. Estimation of gas generation rate constants”. In : *Waste Management* 29.3 (2009), p. 1026-1034. DOI : [10.1016/j.wasman.2008.08.016](https://doi.org/10.1016/j.wasman.2008.08.016).
- [56] R GIRAULT et al. “A waste characterisation procedure for ADM1 implementation based on degradation kinetics”. In : *Water Research* 46.13 (2012), p. 4099-4110. DOI : [10.1016/j.watres.2012.04.028](https://doi.org/10.1016/j.watres.2012.04.028).
- [57] S. T. GLAD et L. LJUNG. “Model structure identifiability and persistence of excitation”. In : *Proceedings of the IEEE Conference on Decision and Control*. New York : IEEE Press, 1990, p. 3236-3240. DOI : [10.1109/CDC.1990.203389](https://doi.org/10.1109/CDC.1990.203389).
- [58] J. GOLDEMBERG et al. *World Energy Assessment Overview: 2004 Update*. New York : United Nations Development Programme, 2004. URL : https://sustainabledevelopment.un.org/content/documents/2420World_Energy_Assessment_Overview_2004_Update.pdf.
- [59] J. HARMAND et al. *Le chémostat. Théorie mathématique de la culture continue de micro-organismes*. Collection Génie des procédés 1. Boca Raton, FL : ISTE Editions, 2017. ISBN : 978-1-78405-218-8.

- [60] S. HASSAM. “Réduction de modèles de procédés biotechnologiques: Applications à l’ADM1”. Ph. D. dissertation. Tlemcen, Algeria : Université de Tlemcen, 2015. URL : <https://hal.archives-ouvertes.fr/tel-01249831>.
- [61] S. HASSAM et al. “A generic and systematic procedure to derive a simplified model from the anaerobic digestion model No. 1 (ADM1)”. In : *Biochemical Engrg. J.* 99 (2015), p. 193-203. DOI : [10.1016/j.bej.2015.03.007](https://doi.org/10.1016/j.bej.2015.03.007).
- [62] C. HELD et al. “Two-stage anaerobic fermentation of organic waste in CSTR and UFAF-reactors”. In : *Bioresource Technol.* 81.1 (2002), p. 19-24. DOI : [10.1016/S0960-8524\(01\)00108-0](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(01)00108-0).
- [63] J. HESS. “Modélisation de la qualité du biogaz produit par un fermenteur méthanogène et stratégie de régulation en vue de sa valorisation”. Ph. D. dissertation. Sophia Antipolis, France : INRIA Sophia-Antipolis, 2007. URL : <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00257347>.
- [64] J. HESS et O. BERNARD. “Design and study of a risk management criterion for an unstable anaerobic wastewater treatment process”. In : *Journal of Process Control* 18.1 (2008), p. 71-79.
- [65] M. A. IQBAL et al. “Morphological, phenological characterization and adaptability of exotic olive cultivars in district Chakwal, Pakistan”. In : *Pakistan J. Agricultural Sci.* 56.3 (2019), p. 587-594. URL : <https://pakjas.com.pk/papers/2996.pdf>.
- [66] Jenny E JEONG et al. “Experimental design and model reduction in systems biology”. In : *Quantitative Biology* 6.4 (2018), p. 287-306. DOI : [10.1007/s40484-018-0150-9](https://doi.org/10.1007/s40484-018-0150-9).
- [67] J. JIMENEZ et al. “Instrumentation and control of anaerobic digestion processes: a review and some research challenges”. In : *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology* 14 (2015), p. 615-648. DOI : [10.1007/s11157-015-9382-6](https://doi.org/10.1007/s11157-015-9382-6).
- [68] C. G. JUSTESEN et al. “Development and validation of a low-cost gas density method for measuring biochemical methane potential (BMP)”. In : *Water* 11.12 (2019), p. 2431. DOI : [10.3390/w11122431](https://doi.org/10.3390/w11122431).
- [69] S. KAHOUADJI. “Réduction du Modèle No. 1 de la Digestion Anaérobie (ADM1)”. Thèse de doct. Université Abou Bekr Belkaid Tlemcen, 2013.
- [70] R. E. KALMAN. “Mathematical description of linear dynamical systems”. In : *SIAM J. Control Optim.* 1 (1963), p. 152-192. DOI : [10.1137/0301010](https://doi.org/10.1137/0301010).
- [71] R. E. KALMAN. “On the general theory of control systems”. In : *IFAC Proceedings Volumes* (1960), p. 481-492. DOI : [10.1016/S1474-6670\(17\)70094-8](https://doi.org/10.1016/S1474-6670(17)70094-8).
- [72] Pezhman KAZEMI et al. “Robust data-driven soft sensors for online monitoring of volatile fatty acids in anaerobic digestion processes”. In : *Processes* 8.1 (2020), p. 67.
- [73] Z. KHEDIM, B. BENYAHIA et J. HARMAND. “Contribution of modeling in the understanding of the anaerobic digestion: Application to the digestion of protein-rich substrates”. In : p. 253-259. DOI : [10.1007/978-3-319-58421-8_40](https://doi.org/10.1007/978-3-319-58421-8_40).

- [74] Katheem KIYASUDEEN et al. "An introduction to anaerobic digestion of organic wastes". In : *Evaluation des Besoins en Technologies*. Springer, 2016, p. 23-44. DOI : [10.1007/978-3-319-24708-3_2](https://doi.org/10.1007/978-3-319-24708-3_2).
- [75] R KLEEREBEZEM et MCM VAN LOOSDRECHT. "Critical analysis of some concepts proposed in ADM1". In : *Water Science and Technology* 54.4 (2006), p. 51-57. DOI : [10.2166/wst.2006.525](https://doi.org/10.2166/wst.2006.525).
- [76] W. L. KOHL. "Consumer country energy cooperation: The International Energy Agency and the global energy order". In : *Global Energy Governance: The New Rules of the Game*. Sous la dir. d'A. GOLDTHAU et J. M. WITTE. Washington, DC : Brookings Institution Press, 2010, p. 195-220. ISBN : 978-0-8157-0343-3. URL : <http://www.jstor.org/stable/10.7864/j.ctt6wpgm3.13>.
- [77] M. KOUAS. "Caractérisation cinétique de la biodégradation de substrats solides et application à l'optimisation et à la modélisation de la co-digestion". Thèse de doct. Montpellier, France : Université Montpellier, 2018. URL : <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01908664>.
- [78] Mokhles KOUAS et al. "Robust assessment of both biochemical methane potential and degradation kinetics of solid residues in successive batches". In : *Waste Management* 70 (2017), p. 59-70.
- [79] Nicoletta KYTHREOTOU, Georgios FLORIDES et Savvas A TASSOU. "A review of simple to scientific models for anaerobic digestion". In : *Renewable Energy* 71 (2014), p. 701-714. DOI : [10.1016/j.renene.2014.05.055](https://doi.org/10.1016/j.renene.2014.05.055).
- [80] B de LA FARGE et al. "Biogas: processes of methane fermentation." In : *Biogas: processes of methane fermentation*. (1995).
- [81] I. LÓPEZ et L. BORZACCONI. "Modelling of slaughterhouse solid waste anaerobic digestion: Determination of parameters and continuous reactor simulation". In : *Waste Management* 30.10 (2010), p. 1813-1821.
- [82] M. LÜBKEN et al. "Modelling the energy balance of an anaerobic digester fed with cattle manure and renewable energy crops". In : *Water Research* 41.18 (2007), p. 4085-4096. DOI : [10.1016/j.watres.2007.05.061](https://doi.org/10.1016/j.watres.2007.05.061).
- [83] Y. M'SADAK et A. BEN M'BAREK. "Caractérisation qualitative du digestat solide de la bio méthanisation industrielle des fientes avicoles et alternative de son exploitation agronomique hors sol". In : *Revue des énergies renouvelables* 16.1 (2013), p. 33-42. URL : <https://www.asjp.cerist.dz/en/downloadArticle/401/16/1/121007>.
- [84] L. MAILLERET, O. BERNARD et J. P. STEYER. "Robust regulation of anaerobic digestion processes". In : *Water Sci. Technol.* 48.6 (2003), p. 87-94. DOI : [10.2166/wst.2003.0364](https://doi.org/10.2166/wst.2003.0364).
- [85] J. MATA-ALVAREZ, S. MACÉ et P. LLABRÉS. "Anaerobic digestion of organic solid wastes. An overview of research achievements and perspectives". In : *Bioresource Technol.* 74.1 (2000), p. 3-16. DOI : [10.1016/S0960-8524\(00\)00023-7](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(00)00023-7).
- [86] Joan MATA-ALVAREZ, S MACÉ et P LLABRES. "Anaerobic digestion of organic solid wastes. An overview of research achievements and perspectives". In : *Bioresource technology* 74.1 (2000), p. 3-16. DOI : [10.1016/S0960-8524\(00\)00023-7](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(00)00023-7).

- [87] A. MIKOL. “La communication environnementale de l’entreprise”. In : *Revue française de gestion* 147 (juin 2003), p. 151-159. URL : https://archives-rfg.revuesonline.com/gratuit/RFG_29_147_13_P3Mikol147.pdf.
- [88] R. MOLETTA, éd. *La méthanisation. 2e édition*. Paris : Lavoisier, 2011. ISBN : 978-2-7430-1271-7.
- [89] R. MOLETTA. “Méthanisation de la biomasse”. In : *Techniques de l’Ingénieur* Dossier BIO5100 (2008). URL : <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/archives-th12/archives-bioprocédés-et-bioproductions-tiabi/archive-1/méthanisation%20de-la-biomasse-bio5100/>.
- [90] J. MONOD. *Recherches sur la croissance des cultures bactériennes*. Actualités scientifiques et industrielles 911. Paris : Hermann, 1942.
- [91] Ismail MUHAMMAD NASIR, Tinia I MOHD GHAZI et Rozita OMAR. “Production of biogas from solid organic wastes through anaerobic digestion: a review”. In : *Applied microbiology and biotechnology* 95.2 (2012), p. 321-329. DOI : [10.1007/s00253-012-4152-7](https://doi.org/10.1007/s00253-012-4152-7).
- [92] Duc NGUYEN et al. “Automatic process control in anaerobic digestion technology: A critical review”. In : *Bioresource technology* 193 (2015), p. 513-522.
- [93] I. NOPENS et al. “An ASM/ADM model interface for dynamic plant-wide simulation”. In : *Water Research* 43.7 (2009), p. 1913-1923. DOI : [10.2166/wst.2010.044](https://doi.org/10.2166/wst.2010.044).
- [94] D. I. PAGE et al. “Modeling anaerobic digestion of dairy manure using the IWA Anaerobic Digestion Model no. 1 (ADM1)”. In : *Water Sci. Technol.* 58.3 (2008), p. 689-695. DOI : [10.2166/wst.2008.678](https://doi.org/10.2166/wst.2008.678).
- [95] SG PAVLOSTATHIS et E GIRALDO-GOMEZ. “Kinetics of anaerobic treatment: a critical review”. In : *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* 21.5-6 (1991), p. 411-490. DOI : [10.1080/10643389109388424](https://doi.org/10.1080/10643389109388424).
- [96] M. PERRIER et D. DOCHAIN. “Evaluation of control strategies for anaerobic digestion processes”. In : *Internat. J. Adaptive Control Signal Process.* 7.4 (1993), p. 309-321. DOI : [10.1002/acs.4480070408](https://doi.org/10.1002/acs.4480070408).
- [97] Britta PETERSEN et al. “Evaluation of an ASM1 model calibration procedure on a municipal-industrial wastewater treatment plant”. In : *Journal of Hydroinformatics* 4.1 (2002), p. 15-38. DOI : [10.2166/hydro.2002.0003](https://doi.org/10.2166/hydro.2002.0003).
- [98] R. L. PETERSON et H. B. MASSICOTTE. “Exploring structural definitions of mycorrhizas, with emphasis on nutrient-exchange interfaces”. In : *Canadian Journal of Botany* 82.8 (2004), p. 1074-1088. DOI : [10.1139/b04-07](https://doi.org/10.1139/b04-07).
- [99] D POGGIO et al. “Modelling the anaerobic digestion of solid organic waste—Substrate characterisation method for ADM1 using a combined biochemical and kinetic parameter estimation approach”. In : *Waste management* 53 (2016), p. 40-54. DOI : [10.1016/j.wasman.2016.04.024](https://doi.org/10.1016/j.wasman.2016.04.024).
- [100] J. F. POMMARET. “Géométrie différentielle algébrique et théorie du contrôle”. In : *C. R. Acad. Sci. Paris Sér. I* 302 (1986), p. 547-550. URL : <https://gallica.bnf.fr/ark:/12148/bpt6k57445816/f33.image.r=Pommaret>.

- [101] N. R. RAHERIMALALA. “Suivi et analyse d’une installation de production de biogaz in-situ : élaboration d’un outil de calculs de dimensionnement de biodigester”. Ph. D. dissertation. Antananarivo, Madagascar : Université d’Antananarivo, 2016. URL : http://www.biblio.univ-antananarivo.mg/pdfs/raherimalalaNorosoaI_ESPA_MAST_16.pdf.
- [102] P RIVAS-GARCÍA et al. “New model of hydrolysis in the anaerobic co-digestion of bovine manure with vegetable waste: Modification of anaerobic digestion model n° . 1”. In : *Revista Mexicana de Ingenier’ia Qu’imica* 19.1 (2020), p. 109-122. DOI : <https://doi.org/10.24275/rmiq/Bio557>.
- [103] P. RIVAS-GARCÍA et al. “New model of hydrolysis in the anaerobic co-digestion of bovine manure with vegetable waste: Modification of Anaerobic Digestion Model No. 1”. In : *Revista Mexicana de Ingeniera Química* 19.1 (2020), p. 109-122. DOI : [10.24275/rmiq/Bio557](https://doi.org/10.24275/rmiq/Bio557).
- [104] C. ROSÉN et U. JEPPSSON. *Aspects on ADM1 implementation within the BSM2 framework*. Rapp. tech. Lund, Sweden : Lund University, 2008. URL : <https://www.iea.lth.se/publications/Reports/LTH-IEA-7224.pdf>.
- [105] Christian ROSÉN et Ulf JEPPSSON. “Aspects on ADM1 Implementation within the BSM2 Framework”. In : *Department of Industrial Electrical Engineering and Automation, Lund University, Lund, Sweden* (2006), p. 1-35. DOI : [ae051f12f03847d498731eacad310c27](https://doi.org/10.24275/rmiq/Bio557).
- [106] M. ROUEZ. “Dégradation anaérobie de déchets solides: Caractérisation, facteurs d’influence et modélisations”. Ph. D. dissertation. Lyon, France : Institut National des Sciences Appliquées, 2008.
- [107] José A RUBIO et al. “Modelization of anaerobic processes during co-digestion of slowly biodegradable substrates”. In : *Chemosphere* 250 (2020), p. 126222. DOI : [10.1016/J.CHEMOSPHERE.2020.126222](https://doi.org/10.1016/J.CHEMOSPHERE.2020.126222).
- [108] M. SBARCIOG, M. LOCCUFIER et E. NOLDUS. “The estimation of stability boundaries for an anaerobic digestion system”. In : *IFAC Proceedings Volumes* 43.6 (2010), p. 359-364. DOI : [10.3182/20100707-3-BE-2012.0032](https://doi.org/10.3182/20100707-3-BE-2012.0032).
- [109] J. M. A. SCHERPEN et A. J. van der SCHAFT. “Normalized coprime factorizations and balancing for unstable nonlinear systems”. In : *International Journal of Control* 60.6 (1994), p. 1193-1222. DOI : [10.1080/00207179408921517](https://doi.org/10.1080/00207179408921517).
- [110] Amadou SIDIBE, Ansoumane SAKOUVOGUI et Mamby KEITA. “Evaluation du Potentiel Energétique de Biogaz des Déjections Animales de la Région Administrative de Kankan (République de Guinée)”. In : *International Journal of Progressive Sciences and Technologies* 32.1 (2022), p. 164-174. DOI : [10.52155/ijpsat.v32.1.4208](https://doi.org/10.52155/ijpsat.v32.1.4208). URL : <https://ijpsat.org/index.php/ijpsat/article/view/4208>.
- [111] I. SIMEONOV. “Mathematical modeling and parameters estimation of anaerobic fermentation processes”. In : *Bioprocess Engrg.* 21 (1999), p. 377-381. DOI : [10.1007/s004490050690](https://doi.org/10.1007/s004490050690).
- [112] I. SIMEONOV et S. DIOP. “Stability analysis of some nonlinear anaerobic digestion models”. In : *Internat. J. Bioautomation* 14.1 (2010), p. 37-48. URL : http://biomed.bas.bg/bioautomation/2010/vol_14.1/files/14.1_04.pdf.

- [113] Thomas J SNOWDEN, Piet H van der GRAAF et Marcus J TINDALL. “Methods of model reduction for large-scale biological systems: a survey of current methods and trends”. In : *Bulletin of mathematical biology* 79.7 (2017), p. 1449-1486. DOI : [10.1007/s11538-017-0277-2](https://doi.org/10.1007/s11538-017-0277-2).
- [114] K. SOLON et al. “Effects of influent fractionation, kinetics, stoichiometry and mass transfer on CH_4 , H_2 and CO_2 production for (plant-wide) modeling of anaerobic digesters”. In : *Water Sci. Technol.* 71.6 (2015), p. 870-877. DOI : [10.2166/wst.2015.029](https://doi.org/10.2166/wst.2015.029).
- [115] B. SOW. “Etude et réalisation de deux digesteurs à biogaz à l’ENAE de Tolo, Mamou, Guinée”. Ph. D. dissertation. Conakry, Guinea : Université Gamal Abdel Nasser de Conakry, 2001.
- [116] K. STAMATELATOU et al. “An invariant manifold approach for CSTR model reduction in the presence of multi-step biochemical reaction schemes. Application to anaerobic digestion”. In : *Chem. Engrg. J.* 150.2–3 (2009), p. 462-475. DOI : [10.1016/j.cej.2009.01.033](https://doi.org/10.1016/j.cej.2009.01.033).
- [117] J. P. STEYER et al. “Advanced control of anaerobic digestion processes through disturbances monitoring”. In : *Water Research* 33.9 (1999), p. 2059-2068. DOI : [10.1016/S0043-1354\(98\)00430-8](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(98)00430-8).
- [118] J. P. STEYER et al. “Lessons learnt from 15 years of ICA in anaerobic digesters”. In : *Water Sci. Technol.* 53.4-5 (2006), p. 25-33. DOI : [10.2166/wst.2006.107](https://doi.org/10.2166/wst.2006.107).
- [119] D. TOMÉ. “Besoins en protéines et en acides aminés & qualité des protéines alimentaires”. In : *Cholé-Doc* 111 (2009).
- [120] P. A. VANROLLEGHEM et al. “Continuity-based interfacing of models for wastewater systems described by Petersen matrices”. In : *Water Sci. Technol.* 52.1-2 (2005), p. 493-500. DOI : [10.2166/wst.2005.0558](https://doi.org/10.2166/wst.2005.0558).
- [121] V. A. VAVILIN et al. “Simplified hydrolysis models for the optimal design of two-stage anaerobic digestion”. In : *Water Research* 35.17 (2001), p. 4247-4251.
- [122] VA VAVILIN et al. “Hydrolysis kinetics in anaerobic degradation of particulate organic material: an overview”. In : *Waste management* 28.6 (2008), p. 939-951. DOI : [10.1016/S0043-1354\(01\)00148-8](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(01)00148-8).
- [123] M. J. WADE et al. “Perspectives in mathematical modelling for microbial ecology”. In : *Ecological Modelling* 321.10 (2016), p. 64-74. DOI : [10.1016/j.ecolmodel.2015.11.002](https://doi.org/10.1016/j.ecolmodel.2015.11.002).
- [124] E. WALTER et L. PRONZATO. *Identification of Parametric Models from Experimental Data*. Communications and Control Engineering. Berlin, Heidelberg, New York : Springer-Verlag, 1997. ISBN : 978-3-540-76119-5.
- [125] Alastair J WARD et al. “Optimisation of the anaerobic digestion of agricultural resources”. In : *Bioresource technology* 99.17 (2008), p. 7928-7940.
- [126] M. WEEDERMANN. “Analysis of a model for the effects of an external toxin on anaerobic digestion”. In : *Math. Biosci. Engrg.* 9.2 (2012), p. 445. DOI : [10.3934/mbe.2012.9.445](https://doi.org/10.3934/mbe.2012.9.445).

- [127] Sören WEINRICH et Michael NELLES. “Systematic simplification of the Anaerobic Digestion Model No. 1 (ADM1)–Model development and stoichiometric analysis”. In : *Bioresource Technology* 333 (2021), p. 125124. DOI : [10.1016/j.biortech.2021.125124](https://doi.org/10.1016/j.biortech.2021.125124).
- [128] Pengfei YAN et al. “Review of Soft Sensors in Anaerobic Digestion Process”. In : *Processes* 9.8 (2021), p. 1434.
- [129] Kazuto YOSHIDA et Naoto SHIMIZU. “Biogas production management systems with model predictive control of anaerobic digestion processes”. In : *Bioprocess and biosystems engineering* 43.12 (2020), p. 2189-2200.
- [130] U. ZAHER et S. CHEN. “Interfacing the IWA Anaerobic Digestion Model No.1 (ADM1) With Manure and Solid Waste Characteristics”. In : *Proceedings of the Water Environment Federation WEFTEC*. Water Environment Federation, 2006. DOI : [10.2175/193864706783751726](https://doi.org/10.2175/193864706783751726).

Titre : Modélisation et estimation de digesteurs anaérobies pour la dépollution des déchets et la production d'énergie

Mots clés : Digestion anaérobie, modélisation, estimation, biogaz.

Résumé : Dans le contexte actuel de lutte contre le réchauffement climatique, le développement des énergies renouvelables représente un enjeu majeur. La digestion anaérobie apparaît comme une solution très prometteuse pour atteindre l'objectif de favoriser la production d'une énergie propre (le biogaz), tout en générant un engrais naturel et propre pour des débouchés en agriculture (le digestat). L'objectif final est d'optimiser ce procédé via une loi de pilotage via un système automatisé. Cependant, le procédé est complexe, incertain, faisant intervenir un grand nombre de bactéries et de composition chimique du substrat. Ainsi, les enjeux sont multiples pour atteindre les objectifs visés. Premièrement, il s'agit de mettre au point et de valider des modèles simples pour des phénomènes complexes ayant lieu au sein du procédé. Deuxièmement, il faut pallier au manque de capteurs physiques intrinsèque à la digestion anaérobie.

Cet aspect est d'autant plus important qu'il représente un des verrous de l'exploitation industrielle de la digestion anaérobie dans le traitement de déchets. Enfin, il s'agit de mettre en place des lois de commande performantes et robustes pour optimiser le fonctionnement de ce procédé.

Dans ces travaux de thèse, le cas d'un digesteur pilote à l'IST de Mamou (Guinée) a été étudié. Une première étape a consisté à caractériser la composition physico-chimique de différents déchets (animaux et déchets municipaux et industriels). Ensuite, un modèle mathématique a été déterminé à partir des données expérimentales obtenues sur le procédé pilote (modèle dit ADM1 et modèles réduits). Enfin, la conception d'un estimateur du taux de croissance des bactéries dans le digesteur a été proposée à partir des mesures du débit de biogaz produit.

Title: Modeling and estimation of anaerobic digesters for depollution and energy production

Keywords: Anaerobic digestion, modeling, estimation, biogas.

Abstract: In the current context of global warming, the development of renewable energies represents a major challenge. Anaerobic digestion appears to be a very promising solution for achieving the objective of promoting the production of clean energy (biogas) while generating a natural and clean fertilizer for agricultural use (digestate). The final objective is to optimize this process by means of an automated system. However, the process is complex, and uncertain, involving a large number of bacteria and unknown chemical composition of the substrate. Thus, there are multiple challenges to achieving the objectives. Firstly, it is necessary to develop and validate simple models for the complex phenomena taking place in the process. Secondly, the lack of physical sensors intrinsic to anaerobic digestion must be overcome.

This aspect is all the more important as it represents one of the barriers to the industrial exploitation of anaerobic digestion in waste treatment. Finally, it is necessary to set up efficient and robust control laws to optimise the operation of this process.

In this thesis, the case of a pilot digester at the IST of Mamou (Guinea) was studied. The first step was to characterise the physico-chemical composition of different wastes (animal, municipal and industrial wastes). Then, a mathematical model was determined from the experimental data obtained on the pilot process (ADM1 model and reduced models). Finally, the design of an estimator for the growth rate of bacteria in the digester was proposed from measurements of the biogas flow rate produced.