



**HAL**  
open science

## Détection précoce et contrôle de colmatage d'une membrane de filtration

Nesrine Kalboussi

► **To cite this version:**

Nesrine Kalboussi. Détection précoce et contrôle de colmatage d'une membrane de filtration. Génie chimique. Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie Tunis, 2018. Français. NNT : . tel-02160408

**HAL Id: tel-02160408**

**<https://hal.science/tel-02160408v1>**

Submitted on 19 Jun 2019

**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.



Ministère de l'Enseignement  
Supérieur et de la Recherche  
Scientifique



Université Tunis El Manar, ENIT,  
LAMSIN  
B.P 37 Le Belvédère, 1002 Tunis,  
Tunisie



Institut National des Sciences  
Appliquées et de Technologie

# THESE DE DOCTORAT

Discipline : Chimie Appliquée

---

## Détection précoce et contrôle de colmatage d'une membrane de filtration

---

Présentée par

**Nesrine KALBOUSSI**

A Tunis, le 14 mars 2018 devant le jury composé de :

<b>Prof. Latifa BERGAOUI</b>	<b>Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie</b>	<b>Présidente</b>
<b>Prof. Hamza Elfil</b>	<b>Centre de recherche et des technologies de l'eau</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>Prof. Ahmed Hannachi</b>	<b>Ecole Nationale des Ingénieurs de Gabes</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>Prof. Joseph Haggege</b>	<b>Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis</b>	<b>Examineur</b>
<b>Prof. Nihel Ben Amar</b>	<b>Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie</b>	<b>Directeur de thèse</b>
<b>M. Jérôme Harmand</b>	<b>Directeur de recherche à l'INRA</b>	<b>Invité</b>

# Remerciements

*Soyons reconnaissants aux personnes qui nous donnent du bonheur ; elles sont les charmants jardiniers par qui nos âmes sont fleuries.*

**Marcel Proust**

Je tiens tout d'abord à remercier chaleureusement madame Latifa BERGAOUI, professeure à l'Institut National des Sciences Appliquées et de Technologie, d'avoir accepté de présider mon jury de thèse. Je remercie professeur Joseph HAGGEGE d'avoir accepté de se joindre à ce jury comme examinateur. Je remercie également professeur Hamza ELFIL et professeur Ahmed HANNACHI d'avoir bien voulu relire cette thèse et d'en être rapporteurs.

Je voudrais remercier tout particulièrement professeure Nihel BEN AMAR qui m'a dirigé tout au long de ces trois années de thèse. Les nombreuses discussions que nous avons eues ainsi que ses conseils sont pour beaucoup dans le résultat final de ce travail.

Je remercie Fatma ELLOUZE qui a toujours été disponible et s'est toujours intéressée à l'avancée de mes travaux. Ses conseils précieux et judicieux m'ont été très utiles. Merci Fatma d'avoir pris le temps de relire ce mémoire.

Je voudrais remercier particulièrement M. Jérôme HARMAND, directeur de recherche au LBE-INRA, qui a accepté de faire le déplacement et m'honorer par sa présence en répondant à notre invitation. Monsieur Jérôme HARMAND m'a formé sur la modélisation, l'optimisation et le contrôle des procédés. Sa capacité d'analyse et son enthousiasme m'ont montré que le monde de la recherche pouvait être un univers passionnant. Enfin, ses nombreuses relectures et corrections de cette thèse ont été très appréciables. Cette thèse lui doit beaucoup. Pour tout cela merci.

Je désire encore exprimer ma très vive reconnaissance à M. Alain RAPAPORT, directeur de recherche à UMR Mistea, avec qui j'ai eu la chance de travailler. Sa rigueur, sa capacité d'analyse des problèmes et ses connaissances en contrôle optimal m'ont permis de progresser et ont répondu à plusieurs de mes préoccupations.

Je voudrais aussi associer à ces remerciements monsieur Terence BAYEN, chercheur à l'UMR Mistea, pour son aide précieuse et ses conseils judicieux dans la résolution du problème de contrôle optimal.

---

---

Un grand merci à Monsieur Nicolas BERNET, directeur de recherche et directeur du LBE-INRA pour m'avoir accueilli dans son laboratoire pendant mon stage de 5 mois en 2017.

Je remercie bien évidemment tout le personnel du LBE-INRA et son ancien directeur Jean-Philippe STEYER pour leur accueil chaleureux pendant mes stages en 2015 et 2016.

À l'occasion, j'exprime ma gratitude la plus profonde à Diana Garcia-Bernet, responsable de l'animation et la gestion du halle de transfert de technologie du LBE (HBE), qui m'a donné beaucoup de son temps précieux pour m'initier sur le pilote de filtration et me diriger sur la partie expérimentale de cette thèse.

Je remercie également Guillaume GUIZARD et Philippe SOUSBIE qui m'ont aidé beaucoup dans l'automatisation du pilote de filtration membranaire.

Je remercie Eric LATRILLE, ingénieur de recherche au LBE-INRA, qui m'a donné l'occasion de faire ma première sortie en Kayak dans ma vie.

Je remercie particulièrement Virginie ROSSARD, ingénieur de recherche au LBE-INRA, qui m'a permis d'oublier momentanément le travail dans des soirées et repas très délicieux.

Je remercie toute la famille du HBE et en particulier : Olivier, Morand, Laura, Célia, et Pauline, pour les bidons d'eau distillée et les bons moments partagés.

Je voudrais exprimer mes remerciements ainsi que ma profonde gratitude au directeur actuel de LAMSIN monsieur Mourad Bellassoued et son ancien directeur monsieur Nabil Gmati qui m'ont fait confiance et ont accepté de financer mes déplacements à l'étranger pour des stages et des congrès.

Je souhaite exprimer ma gratitude à toute la famille Lamsinoise pour la bonne ambiance et les sourires partagés : Nahla, Raoudha, Mejed, Yessmine, Sahar, Ikram, Nabiha, Walid, Sarra, Chaima, Bochra, les Rabeb(s), Yosra, les Anis(s), Balha, Hamdi, ...

Je ne saurais terminer sans remercier tous mes enseignants et profs pendant toute ma carrière d'études.

Ma famille... en particulier ma mère Aicha, mon père Hamadi, ma soeur Saoussen, mon frère Helmi et mon neveu Mahdi, le meilleur est pour la fin ! Je tiens bien évidemment à vous remercier du plus profond de mon coeur. Sans vous je ne serais pas ce que je suis aujourd'hui et sans vous je ne serais pas arrivé jusqu'ici.

---

Sofien, mon âme soeur, je te remercierai jamais assez des sacrifices que tu as pu faire pour moi depuis toutes ces années. Merci parce que tu as su me soutenir, me supporter et m'encourager pendant toute la durée de ma thèse. Cette thèse et moi te devons beaucoup.

# Résumé

Ce travail de thèse porte sur le développement d'un outil d'anticipation et de contrôle de colmatage des membranes de filtration. Le colmatage est l'inconvénient majeur qui handicape l'expansion des procédés membranaires, induisant une baisse de leurs performances et des sur-coûts d'exploitation. Ce travail de thèse a donc été axé sur le développement d'une stratégie de contrôle optimal permettant d'optimiser le protocole de lavage physique et de maximiser la production nette d'un système de filtration membranaire. Tout d'abord, un travail expérimental a été mené dans le but d'étudier les mécanismes de colmatage intervenant lors de la microfiltration et l'ultrafiltration de deux types de suspensions dont la filtration est d'intérêt industriel. Le dépouillement des résultats expérimentaux a permis de conclure que pour les conditions considérées la formation d'un gâteau à la surface de la membrane est le mécanisme de colmatage prédominant. Dans la deuxième partie de cette thèse, nous nous intéressons à l'optimisation de la production des systèmes de filtration membranaire fonctionnant à pression transmembranaire constante. Pour ce faire, nous avons commencé par choisir de la littérature un modèle mathématique simple et capable de décrire les dynamiques de différents systèmes de filtration membranaire. Le problème d'optimisation a été, ensuite, résolu par deux approches différentes : une approche numérique et une approche analytique. Pour ce qui est de l'approche numérique, nous utilisons des solveurs d'optimisation (Global Search et Pattern Search) programmés sous MATLAB en se basant sur le modèle choisi pour anticiper et prédire la production du système. Cette approche est simple à mettre en oeuvre et a permis d'améliorer la production d'un procédé de filtration. Mais elle présente quelques limitations telles que le problème des optimums locaux. Pour pallier aux limitations de l'approche numérique, le problème de l'optimisation de la stratégie de lavage a été résolu par une approche analytique qui se base sur l'application du principe du Maximum de Pontryagin (PMP). La solution optimale obtenue met en évidence l'existence d'un arc singulier. La valeur de cet arc est une information très importante qui renseigne sur le rapport du temps entre périodes de filtration et périodes de lavage. Pour être applicable sur un procédé, une approche permettant d'approximer cet arc singulier par une succession de séquences de filtrations/lavage a été présentée en faisant en sorte que le ratio déterminé soit bien respecté. La stratégie optimale appliquée à un cas d'étude numérique améliore significativement la production nette du système de filtration par rapport à une stratégie utilisée en industrie.

**Mots clés :** Filtration membranaire, Colmatage, Production nette, Optimisation, Contrôle optimal



# Abstract

This work focuses on the development of a tool for anticipating and controlling the fouling of membranes filtration. Fouling is the major disadvantage that hinders the expansion of membrane processes, leading to a decrease in their performance and additional operating costs. This PhD work has therefore focused on the development of an optimal control strategy to optimize the physical cleaning protocol and maximize the net production of a membrane filtration system. Firstly, an experimental work was conducted to study the fouling mechanisms involved in the microfiltration and ultrafiltration of two types of suspensions whose filtration is of industrial interest. The analysis of the experimental results led to the conclusion that under the considered conditions the formation of a cake on the surface of the membrane is the predominant fouling mechanism. In the second part of this thesis, we are interested in optimizing the production of membrane filtration systems operating at constant transmembrane pressure. To do this, we started by choosing from the literature a simple mathematical model that describing the dynamics of different membrane filtration systems. The optimization problem was then solved by two different approaches : a numerical approach and an analytical approach. For the numerical approach, we use Global Search and Pattern Search solvers programmed on MATLAB, based on the model chosen to anticipate and predict the production of the system. This approach is simple to implement and has made it possible to improve the production of a filtration process. However, it has some limitations such as the problem of local optimums. To overcome the limitations of the numerical approach, the problem of optimizing the cleaning strategy has been solved by an analytical approach based on the application of the Pontryagin Maximum Principle (PMP). The optimal solution obtained highlights the existence of a singular arc. The value of this arc is very important information that informs the ratio of the time between filtration periods and cleaning periods. To be applicable to a process, an approach allowing to approximate this singular arc by a succession of filtration / cleaning sequences has been presented by making sure that the determined ratio is well respected. The optimal strategy applied to a numerical case study significantly improves the net production of the filtration system compared to a strategy used in industry.

**Keywords :** Membrane Filtration, Fouling, Net Production, Optimization, Optimal Control





# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>1 Etat des connaissances</b>	<b>5</b>
1.1 Le phénomène du colmatage . . . . .	5
1.1.1 Impacts . . . . .	5
1.1.2 Indicateurs . . . . .	6
1.1.3 Mécanismes . . . . .	6
1.2 Modélisation du colmatage . . . . .	8
1.2.1 Modèles classiques . . . . .	8
1.2.2 Modèles des résistances en série . . . . .	9
1.3 Moyens pour limiter le colmatage . . . . .	11
1.3.1 Pré-traitement de l'effluent . . . . .	11
1.3.2 Mode de fonctionnement . . . . .	11
1.3.3 Lavage physique . . . . .	12
1.3.4 Lavage chimique . . . . .	14
1.4 Contrôle des systèmes de filtration membranaire . . . . .	15
1.4.1 Introduction au contrôle des procédés . . . . .	15
1.4.2 Contrôle en boucle fermée des systèmes de filtration membra- naire . . . . .	17
1.4.3 Contrôle optimal . . . . .	18
1.5 Problématique et méthodologie de recherche . . . . .	20
<b>2 Identification du type de colmatage dominant par une approche   expérimentale</b>	<b>23</b>
2.1 Introduction . . . . .	23
2.2 Suspensions filtrées . . . . .	24
2.2.1 La lie de vin . . . . .	24
2.2.2 Le digestat liquide . . . . .	24
2.3 Matériels et méthodes . . . . .	25
2.3.1 Méthodes analytiques . . . . .	25
2.3.2 Étude de la distribution des tailles des particules dans les ef- fluents . . . . .	26
2.3.3 Prétraitements . . . . .	28
2.3.4 Filtration frontale . . . . .	28
2.3.5 Détermination de la résistance des membranes . . . . .	31

---

2.4	Résultats expérimentaux . . . . .	32
2.4.1	Caractérisation physico-chimique des effluents . . . . .	32
2.4.2	Performances de séparation . . . . .	35
2.4.3	Identification de la nature du colmatage par la méthode de lavage . . . . .	38
2.5	Détermination du mécanisme de colmatage dominant par les modèles d'Hermia . . . . .	43
2.6	Conclusion . . . . .	46
<b>3</b>	<b>Modélisation du colmatage et étude de la généralité d'un modèle</b>	<b>47</b>
3.1	Introduction . . . . .	47
3.2	Modélisation du colmatage : le modèle de Benyahia <i>et coll.</i> . . . . .	48
3.3	Méthodologie de validation de la généralité du modèle . . . . .	50
3.4	Résultats des simulations . . . . .	52
3.4.1	Validation numérique de la généralité du modèle . . . . .	52
3.4.2	Validation expérimentale de la généralité du modèle de Benyahia <i>et coll.</i> . . . . .	56
3.5	Conclusion . . . . .	66
<b>4</b>	<b>Optimisation numérique de la stratégie de fonctionnement d'un procédé de filtration membranaire</b>	<b>67</b>
4.1	Introduction . . . . .	67
4.2	Définition du problème d'optimisation . . . . .	67
4.2.1	Modélisation mathématique . . . . .	68
4.2.2	Objectifs et contraintes d'optimisation . . . . .	69
4.3	Outils d'optimisation numérique . . . . .	69
4.4	Application à un cas d'étude . . . . .	71
4.4.1	Méthodologie . . . . .	71
4.4.2	Résultats d'optimisation . . . . .	72
4.5	Étude de robustesse des solveurs d'optimisation . . . . .	74
4.6	Conclusion . . . . .	77
<b>5</b>	<b>Contrôle optimal d'un système de filtration membranaire</b>	<b>79</b>
5.1	Introduction . . . . .	79
5.2	Énoncé du problème de contrôle optimal . . . . .	79
5.2.1	Hypothèses de modélisation . . . . .	80
5.2.2	Critère d'optimisation . . . . .	81
5.3	Principe du Maximum de Pontryagin (PMP) . . . . .	83
5.3.1	Définition du Principe du Maximum de Pontryagin . . . . .	83
5.3.2	Application du Principe du Maximum de Pontryagin . . . . .	83
5.4	Synthèse optimale . . . . .	90
5.5	Implementation pratique de la solution analytique . . . . .	92
5.6	Applications : cas d'études . . . . .	92
5.6.1	Procédé qui alterne des cycles de filtration/relaxation : <i>cas#1</i> . . . . .	92

---

---

5.6.2	Procédé qui alterne des cycles de filtration/rétrolavage : <i>cas#2</i> et <i>cas#3</i> . . . . .	97
5.7	Analyse de robustesse de la solution optimale . . . . .	107
5.8	Discussions . . . . .	109
5.9	Conclusion . . . . .	110
	<b>Conclusion générale et perspectives</b>	<b>111</b>
	<b>ANNEXES</b>	<b>115</b>
<b>A</b>	<b>Énoncé du principe du Maximum de Pontryagin</b>	<b>117</b>
A.1	Énoncé général . . . . .	117
A.2	L'énoncé du PMP pour un cas particulier . . . . .	119
<b>B</b>	<b>Matériel pour l'étude de la distribution des tailles des particules dans les effluents</b>	<b>121</b>
<b>C</b>	<b>Calcul d'incertitude</b>	<b>123</b>
<b>D</b>	<b>Modèle de Pimentel <i>et coll.</i></b>	<b>125</b>
<b>E</b>	<b>Modèle de Di Bella <i>et coll.</i></b>	<b>127</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>128</b>



# Table des figures

1.1	Représentation du procédé en boucle ouverte [37] . . . . .	16
1.2	Représentation du procédé en boucle fermée [37] . . . . .	16
2.1	Schéma explicatif du principe du test de tamisage . . . . .	27
2.2	Le pilote de filtration : (1) réservoir d'alimentation avec agitation magnétique, (2) pompe de circulation, (3) balance et système d'acquisition de la masse, (4) bécher pour récupérer le perméat, (5) pilote de filtration membranaire, (6) manomètre, (7) capteur de pression, (8) système d'acquisition de pression . . . . .	29
2.3	Protocole d'identification des mécanismes de colmatage . . . . .	32
2.4	La distribution des tailles des particules dans la lie de vin et le digestat liquide avant pré-traitement . . . . .	33
2.5	La distribution de la DCO dans la lie de vin et le digestat liquide avant pré-traitement . . . . .	33
2.6	La distribution des tailles des particules dans la lie de vin et le digestat liquide après pré-traitement . . . . .	34
2.7	La distribution de la DCO dans la lie de vin et le digestat liquide après pré-traitement . . . . .	35
2.8	Rétention de la MS en fonction de seuil de coupure de la membrane et de la pression appliquée . . . . .	36
2.9	Rétention de la DCO en fonction de seuil de coupure de la membrane et de la pression appliquée . . . . .	36
2.10	Variation du flux de perméat de la lie de vin à 1,5 bar pour les membranes 1,4 $\mu m$ , 0,2 $\mu m$ , 50 $kDa$ et 1 $kDa$ . . . . .	38
2.11	Variation du flux de perméat de digestat liquide à 1,5 bar pour les membranes 1,4 $\mu m$ , 0,2 $\mu m$ , 50 $kDa$ et 1 $kDa$ . . . . .	39
2.12	Variation du flux de perméat de digestat liquide pour une membrane 1 $kDa$ à 1,5 bar et 3 bar . . . . .	39
2.13	Répartition des résistances hydrauliques en fonction du seuil de coupure des membranes dans le cas de filtration de la lie de vin à 1,5 bar . . . . .	40
2.14	Répartition des résistances hydrauliques en fonction du seuil de coupure des membranes dans le cas de filtration de la lie de vin à 3 bar . . . . .	41

---

2.15 Répartition des résistances hydrauliques en fonction du seuil de coupe des membranes dans le cas de filtration du digestat liquide à 1,5 bar . . . . .	42
2.16 Répartition des résistances hydrauliques en fonction du seuil de coupe des membranes dans le cas de filtration du digestat liquide à 3 bar . . . . .	42
3.1 Méthode d'optimisation de paramètres du modèle . . . . .	52
3.2 Résultats d'ajustement du modèle de Benyahia <i>et coll.</i> aux données du modèle de Pimentel <i>et coll.</i> . . . . .	54
3.3 Ajustement du modèle de Benyahia <i>et coll.</i> aux données du modèle de Di Bella <i>et coll.</i> . . . . .	55
3.4 Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 1,4 $\mu m$ à 1,5 bar . . . . .	58
3.5 Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 1,4 $\mu m$ à 3 bar . . . . .	59
3.6 Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 0,2 $\mu m$ à 1,5 bar . . . . .	59
3.7 Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 0,2 $\mu m$ à 3 bar . . . . .	60
3.8 Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 50 <i>kDa</i> à 1,5 bar . . . . .	60
3.9 Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 50 <i>kDa</i> à 3 bar . . . . .	61
3.10 Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 1 <i>kDa</i> à 1,5 bar . . . . .	61
3.11 Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 1 <i>kDa</i> à 3 bar . . . . .	62
3.12 Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 1,4 $\mu m$ à 1,5 bar . . . . .	62
3.13 Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 1,4 $\mu m$ à 3 bar . . . . .	63
3.14 Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 0,2 $\mu m$ à 1,5 bar . . . . .	63
3.15 Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 0,2 $\mu m$ à 3 bar . . . . .	64
3.16 Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 50 <i>kDa</i> à 1,5 bar . . . . .	64
3.17 Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 50 <i>kDa</i> à 3 bar . . . . .	65
3.18 Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 1 <i>kDa</i> à 1,5 bar . . . . .	65
3.19 Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 1 <i>kDa</i> à 3 bar . . . . .	66

---

---

4.1	Principe de base des deux solveurs d'optimisation : Global Search et Pattern Search . . . . .	70
4.2	La valeur de critère pour différent nombre de cycle de relaxation . . .	73
4.3	La séquence de fonctionnement optimale déterminée par Pattern Search pour un nombre de cycles de relaxation $N = 26$ . . . . .	74
4.4	La séquence de fonctionnement optimale déterminée par Global Search pour un nombre de cycles de relaxation $N = 26$ . . . . .	75
4.5	Test de robustesse de la solution optimale de Pattern Search . . . . .	76
4.6	Test de robustesse de la solution optimale de Global Search . . . . .	76
5.1	<i>Cas#1</i> : (A) la stratégie optimale de fonctionnement sur T; (B) la masse accumulée sur la surface de la membrane; (C) Le volume produit par unité de surface sur T . . . . .	94
5.2	<i>Cas#1</i> : Comparaison de la production nette : la stratégie classique (ligne verte continue) VS la stratégie optimale (ligne rouge pointillée)	95
5.3	<i>Cas#1</i> : Exemple de stratégie adaptée par un nombre de cycles $N = 20$ à appliquer sur l'arc singulier. La ligne rouge pointillée correspond à la stratégie optimale théorique, la ligne verte continue correspond à la stratégie adaptée qui se rapproche de la solution de contrôle optimale. (A) la séquence de contrôle sur T; (B) la masse de la couche de gâteau sur la surface de la membrane sur T; (C) Le volume net produit par surface de membrane sur T. . . . .	96
5.4	<i>Cas#1</i> : (A) L'évolution de la moyenne de la masse accumulée sur la surface de la membrane sur 10 heures de fonctionnement en fonction de nombre de cycles de relaxation $N$ appliqué sur l'arc singulier; (B) L'évolution de la production nette par unité de surface de la membrane sur 10 heures de fonctionnement en fonction de nombre de cycles de rétrolavage $N$ appliqué sur l'arc singulier . . . . .	97
5.5	Calage du modèle dans le <i>cas#2</i> sur les données expérimentales extraites de [72] . . . . .	100
5.6	Calage du modèle dans le <i>cas#3</i> sur les données expérimentales extraites de [72] . . . . .	101
5.7	<i>Cas#2</i> (flux de rétrolavage constant) : (A) La stratégie de fonctionnement optimale pendant $T$ ; (B) La correspondante masse accumulée sur la surface de la membrane durant $T$ ; (C) Le correspondant volume produit par unité de surface de la membrane . . . . .	102
5.8	<i>Cas#3</i> (flux de rétrolavage variable) : (A) La stratégie de fonctionnement optimale pendant $T$ ; (B) La correspondante masse accumulée sur la surface de la membrane durant $T$ ; (C) Le correspondant volume produit par unité de surface de la membrane . . . . .	103
5.9	Comparaison de la production nette par unité du surface de la membrane pendant $T$ de la stratégie publiée dans [72] et celles du <i>cas#2</i> et du <i>cas#3</i> . . . . .	104

---



---

5.10	<i>Cas#2</i> (flux de rétrolavage constant) : exemple de la stratégie optimale adaptée en appliquant $N = 20$ cycles sur l'arc singulier. La stratégie théorique est représenté en ligne vert continue et la stratégie adaptée en ligne rouge discontinue. (A) La stratégie de fonctionnement pendant $T$ ; (B) La correspondante masse accumulée sur la surface de la membrane durant $T$ ; (C) Le correspondant volume produit par unité de surface de la membrane. . . . .	105
5.11	<i>Cas#3</i> (flux de rétrolavage constant) : exemple de la stratégie optimale adaptée en appliquant $N = 20$ cycles sur l'arc singulier. La stratégie théorique est représenté en ligne vert continue et la stratégie adaptée en ligne rouge discontinue. (A) La stratégie de fonctionnement pendant $T$ ; (B) La correspondante masse accumulée sur la surface de la membrane durant $T$ ; (C) Le correspondant volume produit par unité de surface de la membrane. . . . .	106
5.12	(A) L'évolution de la moyenne de la masse accumulée sur la surface de la membrane sur 7 heures de fonctionnement en fonction de nombre de cycles de rétrolavage $N$ appliqué sur l'arc singulier; (B) L'évolution de la production nette par unité de surface de la membrane sur 7 heures de fonctionnement en fonction de nombre de cycles de rétrolavage $N$ appliqué sur l'arc singulier . . . . .	107
5.13	Contrôleur en boucle fermée et en boucle ouverte. . . . .	110
B.1	Filtration sur membrane géotextile . . . . .	121
B.2	Module de filtration utilisé dans le test de screening . . . . .	122
B.3	Photographie du pilote de filtration : (a) système d'acquisition de pression, (b) réservoir d'alimentation avec agitation magnétique, (c) pompe de circulation, (d) manomètre et capteur de pression, (e) cellule de filtration membranaire . . . . .	122

# Liste des tableaux

1.1	Des modèles de résistances en série publiés dans la littérature . . . . .	10
2.1	Perméabilités à l'eau et résistances propres des membranes de filtration	30
2.2	Caractérisation physico-chimique de la lie et le digestat liquide avant les pré-traitements . . . . .	32
2.3	Caractérisation physico-chimique de la lie et le digestat liquide après les pré-traitements décrits dans la section 2.3.3 . . . . .	34
2.4	Détermination du mode de colmatage par les modèles d'Hermia dans le cas de la lie de vin . . . . .	44
2.5	Détermination du mode de colmatage par les modèles d'Hermia dans le cas du digestat liquide . . . . .	45
3.1	Résultats d'ajustement du modèle de Benyahia <i>et coll.</i> aux données du modèle de Pimentel <i>et coll.</i> . . . . .	53
3.2	Résultats d'ajustement du modèle de Benyahia <i>et coll.</i> aux données du modèle de Di Bella <i>et coll.</i> . . . . .	55
3.3	Données d'ajustement du modèle de Benyahia <i>et coll.</i> aux données expérimentales . . . . .	57
3.4	Résultats d'ajustement du modèle de Benyahia <i>et coll.</i> aux données expérimentales . . . . .	58
4.1	Les valeurs des paramètres du modèle de Benyahia <i>et coll.</i> . . . . .	71
4.2	La production nette en eau par unité de surface pour $N = 4$ et $T_R = 5$ minutes : "stratégie classique" VS solveurs d'optimisation . . . . .	72
5.1	Valeurs des paramètres du contrôle dans le <i>cas#1</i> . . . . .	93
5.2	Signification physique des paramètres du modèle dans le <i>cas#2</i> (flux de rétrolavage constant) et dans le <i>cas#3</i> (flux de rétrolavage variable)	99
5.3	Valeurs des paramètres du <i>cas#2 et #3</i> qui reproduisent le mieux les données du flux publiées dans [72] . . . . .	100
5.4	Valeurs des paramètres du contrôle dans le <i>cas#2 et #3</i> . . . . .	101
5.5	Résultats de l'étude de robustesse . . . . .	108



# Glossaire des notations

BRM	Bioréacteur à membrane
DCO	Demande chimique en oxygène
MES	Matière en suspension
MS	Matière sèche
MF	Microfiltration
MV	Matière volatile
PMS	Produits Microbiens Solubles
PMP	Principe du Maximum de Pontryagin
PTM	Pression Trans-Membranaire
SPE	Substances Polymériques Extra-cellulaires
UF	Ultra-filtration

---

## Lettres latines

$A$	Surface de la membrane [ $m^2$ ]
$C_S$	Fraction de $S_T = S_1 + S_2$ attachée à la membrane [ $s^{-1}$ ]
$C_X$	Fraction de $X_T = X_1 + X_2$ attachée à la membrane [ $s^{-1}$ ]
$C_{PMS}$	Fraction de $PMS$ attachée à la membrane [ $s^{-1}$ ]
$C_{tot}$	Concentration totale de l'effluent à l'entrée du pilote [ $kg.m^{-3}$ ]
$DCO_{Etage}$	Pourcentage de $DCO$ retenue dans un étage de filtration [%]
$DCO_{E,E}$	$DCO$ à l'entrée de l'étage [ $mg.L^{-1}$ ]
$DCO_P$	$DCO$ de perméat à la sortie de l'étage [ $mg.L^{-1}$ ]
$DCO_i$	$DCO$ initiale de la suspension à filtrer [ $mg.L^{-1}$ ]
$H$	l'Hamiltonien
$J$	Flux du perméat [ $m.s^{-1}$ ]
$J_0$	Flux initial [ $m.s^{-1}$ ]
$J_T$	Flux final de perméat (à $t = T$ ) [ $m.s^{-1}$ ]
$J_{BW}$	Flux de rétrolavage [ $m.s^{-1}$ ]
$K$	Constante du modèle d'Herminia
$k_m$	Intensité de cisaillement [ $s^{-1}$ ]
$l$	Nombre de mesures
$L_p$	Perméabilité de la membrane [ $m.s^{-1}.Pa^{-1}$ ]
$L_{opt}$	Production nette optimale (pour $N = 26$ ) par unité de surface déterminée par le solveur Pattern Search (resp. Global search) [ $L.m^{-2}$ ]
$L_{pert}$	Production nette par unité de surface de système perturbé [ $m^3.m^{-2}$ ]
$M_c$	Masse de creuset [ $kg$ ]
$M_0$	Masse initiale + $M_c$ [ $kg$ ]
$M_1$	Masse du résidu sec après séchage à $105\text{ }^\circ C$ + $M_c$ [ $kg$ ]
$M_2$	Masse de résidu sec après calcination à $550\text{ }^\circ C$ pendant 2 heures + $M_c$ [ $kg$ ]
$MS_{E,E}$	Matière sèche à l'entrée de l'étage [ $kg.m^{-3}$ ]
$MS_P$	Matière sèche à la sortie de l'étage [ $kg.m^{-3}$ ]
$MS_i$	Matière sèche initiale de la suspension [ $kg.m^{-3}$ ]
$m$	Masse de matière attachée à la surface de la membrane [ $kg$ ]
$m_0$	Condition initiale de la masse attachée à la surface de la membrane [ $kg$ ]
$\bar{m}$	Valeur de $m$ sur l'arc singulier [ $kg$ ]
$\bar{m}_T$	Valeur de $m$ au temps final $T$ [ $kg$ ]
$m_p$	Masse de perméat [ $kg$ ]
$n$	Paramètre du colmatage dans le modèle d'Herminia
$N$	Nombre de commutation entre filtration et lavage
$P_a$	Pression d'alimentation [ $Pa$ ]
$P_R$	Pression du rétentat [ $Pa$ ]
$P_p$	Pression du perméat [ $Pa$ ]
$P_{Etage}$	Pourcentage des particules retenues dans un étage [%]
$PMS$	Concentration des Produits Microbiens Solubles [ $kg.m^{-3}$ ]
$Q_{perm}$	Débit de perméat [ $m^3.s^{-1}$ ]

---

$R_{tot}$	Résistance totale de la membrane [ $m^{-1}$ ]
$R_m$	Résistance intrinsèque de la membrane [ $m^{-1}$ ]
$R_F$	Résistance de colmatage [ $m^{-1}$ ]
$R_c$	Résistance de la couche du gâteau formée à la surface de la membrane [ $m^{-1}$ ]
$R_{block}$	Résistance due au blocage des pores dans le modèle de [1] [ $m^{-1}$ ]
$R_{irr}$	Résistance due au colmatage irréversible [ $m^{-1}$ ]
$R_{sc}$	Résistance de la couche du gâteau formée à la surface de la membrane dans le modèle de [2] [ $m^{-1}$ ]
$R_{sf}$	Résistance de colmatage par formation d'un film de boue dynamique dans le modèle de [2] [ $m^{-1}$ ]
$R_p$	Résistance de colmatage des pores dans le modèle de [2] [ $m^{-1}$ ]
$R_{DS}$	Résistance de la couche du gâteau formée à la surface de la membrane dans le modèle de [3] [ $m^{-1}$ ]
$R_1$	Résistance de la membrane après élimination du gâteau [ $m^{-1}$ ]
$R^2$	Coefficient de détermination
$RI$	Taux de réduction du flux [%]
$SSR$	Somme des résidus au carré [ $m^2.s^{-2}$ ]
$S_p(t)$	Masse de la matière déposée dans les pores [ $g$ ]
$S_T$	Concentration de la matière soluble [ $kg.m^{-3}$ ]
$S_1$	Concentration du substrat $S_1$ [ $kg.m^{-3}$ ]
$S_2$	Concentration du substrat $S_2$ [ $kg.m^{-3}$ ]
$T$	Temps final [s]
$t$	Temps de filtration [s]
$T_f$	Temps passé en filtration sur un cycle de fonctionnement [s]
$\bar{T}$	Instant d'initiation du dernier cycle de lavage [s]
$\bar{t}$	Instant quelconque inférieur à $T$ [s]
$t_1, t_2$	Deux instants quelconques de l'intervalle $[0, T[$ avec $t_1 < t_2 < T$ [s]
$T_p$	Temps d'un cycle de fonctionnement [s]
$T_{SA}$	Temps d'un arc singulier [s]
$T_{reg}$	Temps passé dans la régénération de la membrane (soit par relaxation, soit par rétrolavage) sur un cycle de fonctionnement $T_p$ [s]
$u(t)$	Variable de contrôle
$u^*(t)$	Variable de contrôle optimal
$\bar{u}$	Contrôle singulier
$V_p$	Volume du perméat [ $m^3$ ]
$V_{pr}$	Volume total des pores [ $m^3$ ]
$X_T$	Concentration du biomasse [ $kg.m^{-3}$ ]
$\hat{y}_i$	Valeurs prédites par le modèle de Hermia (ou de Benyahia <i>et coll.</i> )
$y_i$	Valeurs de données expérimentales (ou de validation)
$\bar{y}$	Moyenne de valeurs de données de validation

---

---

## Lettres grecques

$\alpha$	Résistance spécifique du gâteau [ $m.kg^{-1}$ ]
$\alpha'$	Résistance spécifique du blocage des pores [ $m.kg^{-1}$ ]
$\beta$	Fraction attachée dans les pores [sans dimension]
$\gamma$	Pourcentage de déviation de la production nette d'eau par unité de surface par rapport à la production optimale [%]
$\delta$	Coefficient de pondération [sans dimension]
$\delta'$	Coefficient de pondération [sans dimension]
$\epsilon$	Surface poreuse [ $m^2$ ]
$\theta$	Paramètres du modèle de Benyahia <i>et coll.</i> à identifier
$\lambda$	Variable adjointe
$\mu$	Viscosité du perméat [ $Pa.s$ ]
$\rho$	Masse volumique de l'alimentation [ $g.L^{-1}$ ]
$\sigma$	Paramètre pour normaliser les unités [ $g^{-1}$ ]
$\sigma'$	Paramètre pour normaliser les unités [ $L.g^{-1}$ ]
$\phi$	Fonction de commutation
$\omega$	Efficacité de rétrolavage/relaxation dans l'élimination de gâteau formé à la surface de la membrane [ $s^{-1}$ ]
$\omega'$	Efficacité de rétrolavage/relaxation dans l'élimination du colmatage des pores [ $s^{-1}$ ]







# Introduction générale

Depuis quelques années, les techniques de séparation membranaire sont de plus en plus utilisées dans des domaines d'activités aussi nombreux que variés comme la production d'eau potable, le traitement des eaux usées, les industries agro-alimentaires, le domaine pharmaceutique, etc.

L'essor des technologies membranaires est lié d'une part aux avantages qu'elles offrent par rapport aux techniques de séparation conventionnelles, et d'autre part à la sévérité croissante des normes environnementales et aux enjeux économiques et sociaux liés à la problématique de la disponibilité de l'eau potable.

Le principe de la filtration membranaire est l'application d'une différence de pression qui permet le transfert d'un solvant à travers une membrane jouant le rôle d'une barrière physique sélective dont la taille des pores assure la rétention de solutés.

Cependant, même si l'utilisation de procédés membranaires tend à s'intensifier, ils présentent un problème récurrent lié à l'accumulation de la matière au voisinage de la membrane, appelé colmatage. Le colmatage limite les performances des procédés membranaires. Il concourt à diminuer la productivité, accroître la consommation d'énergie, augmenter le coût de maintenance et ainsi réduire la durée de vie des membranes.

Un des enjeux majeurs des procédés membranaires consiste à contrôler le développement du colmatage pour une exploitation durable et économiquement acceptable de ces procédés. Depuis une vingtaine d'années, des efforts de recherche se sont portés sur la compréhension du phénomène du colmatage et la prédiction de ses mécanismes par des outils de modélisation en vue de limiter ses impacts.

Quoique inévitable, le contrôle du colmatage reste possible en maîtrisant les paramètres opératoires et en appliquant des cycles périodiques de lavage de la membrane.

Les séquences de nettoyage sont généralement fixées selon les recommandations des fournisseurs et/ou l'expérience de l'opérateur. Toutefois, dans la plupart du temps, ces stratégies sont assez peu performantes car elles ne tiennent pas compte de l'état réel de la membrane et ne considèrent pas les spécificités du procédé (le produit à traiter, les conditions opératoires appliquées, etc.). Cela conduit à un fonctionnement non-optimal des installations de filtration, entraînant des pertes d'énergie et

---

de production. Pour les optimiser, il peut être utile de recourir à la modélisation et d'utiliser ces modèles dans l'optique de développer des lois de commande.

C'est dans ce contexte que s'inscrit le présent travail de thèse qui vise à développer un outil d'anticipation et de contrôle du colmatage pour optimiser la conduite des procédés de filtration membranaire.

Cette thèse s'intéresse particulièrement à la détermination d'une stratégie de fonctionnement optimale maximisant la production totale d'un procédé de séparation de micro-filtration ou d'ultrafiltration fonctionnant à pression trans-membranaire constante.

Le manuscrit de thèse s'organise en cinq chapitres :

- Le premier chapitre est une revue bibliographique qui présente le phénomène du colmatage et les principaux moyens pour contrôler et limiter son développement.
- Le deuxième chapitre est dédié au travail expérimental qui a été entrepris dans le cadre de cette thèse. L'objectif de ce chapitre étant de déterminer par une approche expérimentale le mécanisme du colmatage prédominant lors de la micro-filtration et l'ultrafiltration de différentes suspensions.  
Le travail expérimental a mené à poser une hypothèse simplificatrice réaliste qui consiste à ne considérer dans la modélisation des systèmes de micro-filtration et d'ultrafiltration que le phénomène prédominant du colmatage. Cette hypothèse simplificatrice permet d'éviter d'utiliser des modèles trop complexes.
- Pour optimiser un procédé, il faut un modèle mathématique capable de décrire ses dynamiques et fournir des informations sur son comportement. C'est l'objet du troisième chapitre. Dans ce chapitre, nous évaluerons différents modèles issus de la littérature afin de justifier le choix d'un modèle décrivant d'une manière satisfaisante la dynamique de colmatage tout en étant suffisamment simple d'un point de vue mathématique pour pouvoir être utilisé dans une démarche de synthèse de contrôle optimal.
- Le quatrième chapitre présente une approche numérique d'optimisation qui permet de déterminer la séquence optimale de lavage physique de la membrane (fréquence et instants de commutations optimaux entre filtration/lavage physique) maximisant la production nette d'un procédé de filtration membranaire fonctionnant à pression trans-membranaire constante.  
Dans ce chapitre, le problème d'optimisation est résolu en utilisant différents solveurs d'optimisation numérique programmés sous MATLAB. Les résultats de deux solveurs sont comparés et des conclusions sur les limitations de cette méthode sont tirées.

- 
- Pour pallier aux limitations de l'approche numérique, le problème d'optimisation de la stratégie de lavage est traité dans le chapitre cinq par une approche analytique qui se base sur l'application du principe du Maximum de Pontryagin (PMP). Le PMP est une technique utilisée dans la théorie de contrôle optimal qui permet de déterminer une politique de contrôle maximisant une fonction objective (ou un critère).

Afin de traiter le problème dans sa plus grande généralité, l'analyse que nous réalisons ne sera pas basée sur un modèle spécifique mais plutôt sur un modèle dont les dynamiques sont définies par des propriétés qualitatives. En procédant ainsi nous allons pouvoir déterminer la structure générale de la solution optimale pour toute une classe des procédés de MF/UF vérifiant les propriétés qualitatives définies.



# Chapitre 1

## Etat des connaissances

### Guide de lecture

Ce premier chapitre est une synthèse bibliographique et il est structuré comme suit : dans la première section, le phénomène du colmatage est présenté, notamment ses impacts, ses indicateurs et ses mécanismes. La deuxième section est dédiée aux modèles mathématiques décrivant les mécanismes du colmatage. Dans la troisième section nous détaillons les principaux moyens utilisés pour lutter contre le colmatage. Dans la dernière section, les systèmes de contrôle permettant d'optimiser le fonctionnement d'un système de filtration membranaire et de limiter le colmatage sont abordés.

### 1.1 Le phénomène du colmatage

Le colmatage est un phénomène complexe qui se traduit par une augmentation continue de la Pression Trans-Membranaire PTM (à flux du perméat constant) ou par une chute du flux (à PTM constante). Il est provoqué par l'accumulation de la matière en suspension ou dissoute sur la surface ou à l'intérieur des pores de la membrane.

#### 1.1.1 Impacts

Malgré la diminution des coûts d'achat des modules membranaires ces dernières années grâce aux progrès techniques accomplis dans le domaine de fabrication des membranes, les coûts d'exploitation des systèmes de filtration restent élevés. Les impacts négatifs du colmatage sont énumérés ci-dessous :

- La diminution de la production totale du système de filtration à cause de l'augmentation des temps d'arrêt pour le lavage de la membrane.
- L'augmentation de la pression appliquée afin de vaincre les pertes du charge dues au colmatage et maintenir une production constante ;

- L'augmentation des besoins énergétiques pour l'aération : jusqu'à 70% des coûts d'opération sont attribuées à l'aération de la membrane dans les bio-réacteurs à membrane (BRM) [4];
- La réduction de la durée de vie de la membrane ce qui entraîne des coûts de remplacement plus élevés.

### 1.1.2 Indicateurs

Le colmatage membranaire doit être maîtrisé et contrôlé afin de maintenir une bonne productivité du système de filtration membranaire. Pour ce faire, il est important tout d'abord de pouvoir le quantifier.

À échelle industriel, la PTM et le flux sont deux paramètres physiques généralement mesurés en ligne pour contrôler le colmatage des membranes de filtration. La PTM correspond à la différence de pression exercée de part et d'autre de la membrane telle qu'exprimée par l'équation 1.1 :

$$PTM = \frac{P_a + P_R}{2} - P_p \quad (1.1)$$

avec :

$P_a$  : la pression d'alimentation [Pa]

$P_R$  : la pression du rétentât [Pa]

$P_p$  : la pression du perméat [Pa]

Lors d'un fonctionnement à flux constant, l'augmentation de la PTM est un indicateur du colmatage. En effet, lorsque la membrane est colmatée, un accroissement de la pression d'alimentation est nécessaire afin de vaincre les pertes de charge et maintenir un flux constant, ainsi la PTM augmente.

Pour un fonctionnement à PTM constante, le colmatage se traduit par une baisse du flux du perméat.

La baisse de la perméabilité,  $L_p$  [ $m.s^{-1}.Pa^{-1}$ ] est un autre indicateur du colmatage de la membrane. Elle correspond au rapport entre le flux du perméat  $J$  et la  $PTM$  (équation 1.2).

$$L_p = \frac{J}{PTM} \quad (1.2)$$

### 1.1.3 Mécanismes

Selon l'échelle de l'accumulation de la matière colmatante par rapport au matériau membranaire, de nombreux chercheurs dans la littérature, par exemple [4–6], distinguent les phénomènes du colmatage suivants :

**Polarisation de concentration** : ce phénomène résulte d'un gradient de concentration qui s'établit à l'interface de la membrane sous l'effet d'un gradient de pression. Il s'agit de la concentration de la matière sur une fine couche au voisinage de la membrane provoquant ainsi une résistance supplémentaire à la filtration [6].

**Colmatage externe** : c'est un processus de surface qui concerne essentiellement l'accumulation des solides en suspension à la surface de la membrane pour former une couche de gâteau. Cette dernière peut jouer le rôle d'une deuxième membrane qui se superpose à la membrane originale.

Tanguchi *et coll.*[7] affirment que lors de l'ultrafiltration d'eaux de rivière la formation du gâteau à la surface de la membrane est le mécanisme de colmatage prédominant. Le gâteau est formé dans ce cas par l'accumulation de la matière colloïdale en suspension, la matière organique dissoute.

**Colmatage interne** : il est également défini par "blocage des pores" [6]. Ce mécanisme correspond à l'adsorption des substances dissoutes dans le volume poreux de la membrane.

Par ailleurs, le colmatage de la membrane peut être classé aussi selon la nature des espèces colmatants en colmatage organique, inorganique ou biologique :

**Colmatage organique** : les substances organiques les plus colmatantes sont essentiellement les polysaccharides, les protéines et les substances humiques [6]. Généralement, les colmatants organiques s'attachent à la membrane par adsorption [8].

**Colmatage inorganique** : il résulte de la précipitation des substances minérales dissoutes due par exemple à la formation des complexes sous l'effet d'un changement de pH. Le colmatage inorganique peut se produire à la surface ou à l'intérieur des pores de la membrane [6].

**Colmatage biologique** : le colmatage biologique ou le "biofouling" en anglais se forme lorsque les micro-organismes s'installent à la surface de la membrane et commencent à se développer formant ainsi un "biofilm". Certaines publications considèrent que le colmatage biologique est dû aussi à l'adsorption de la matière organique produite par les microorganismes telle que les Produits Microbiens Solubles (PMS) et les Substances Polymériques Extra-cellulaires (SPE) [9]. D'autres auteurs tels que Wang *et coll.* [6] classent le colmatage provoqué par les PMS et les SPE comme un colmatage organique.

Selon la réversibilité d'attachement des substances colmatantes à la membrane, il est possible de distinguer trois types du colmatage :

**Colmatage réversible** : il est de nature physique et il peut être éliminé par des méthodes physiques tels que l'aération, la relaxation et le rétrolavage de la membrane. Généralement, le colmatage réversible est dû principalement à la formation du gâteau à la surface de la membrane [6] ;



**Colmatage irréversible :** il est de nature plutôt chimique et il correspond au colmatage résiduel après lavage physique de la membrane [4, 6, 10]. Le colmatage irréversible nécessite un nettoyage chimique pour rompre les liaisons entre les substances colmatantes et la membrane ;

**Colmatage irrécupérable :** lorsqu'un nettoyage chimique ne permet pas de récupérer la perméabilité initiale de la membrane, le colmatage est dit irrécupérable. Ce type de colmatage s'accumule sur un temps long par rapport à la durée de vie de la membrane, c'est pour cette raison qu'il est aussi appelé "le colmatage irréversible à long terme".

En pratique, les fabricants des membranes recommandent de remplacer la membrane à partir d'un certain pourcentage de perte de perméabilité irrécupérable par lavage chimique.

## 1.2 Modélisation du colmatage

### 1.2.1 Modèles classiques

Au cours des trois dernières décennies, la modélisation du colmatage a attiré l'attention de plusieurs chercheurs [11]. La première tentative à décrire mathématiquement le colmatage a été présenté par Hermia [12] en 1982 et elle a la forme suivante :

$$\frac{d^2t}{dV_p^2} = K \left(\frac{dt}{dV_p}\right)^n \quad (1.3)$$

avec

$t$  : le temps de filtration ( $s$ )

$V_p$  : le volume du perméat ( $m^3$ )

$K$  : la constante du modèle d'Hermia

$n$  : un paramètre du colmatage

L'équation différentielle décrivant la variation du flux du perméat est obtenue en intégrant l'équation 1.3, tel que :

$$\frac{dJ}{dt} = -K A^{2-n} J^{3-n} \quad (1.4)$$

avec  $A$  [ $m^2$ ] est la surface de la membrane.

Quatre modèles du colmatage différents peuvent être dérivés à partir de l'équation 1.4 pour différentes valeurs de  $n$ , à savoir :

- Le blocage complet : ce modèle est basé sur l'hypothèse que chaque particule se déposant sur la membrane bloquera un pore. Le blocage complet des pores ne se produit que si les molécules sont plus grandes que les pores de la membrane. Pour le blocage complet des pores  $n = 2$  et le flux du perméat s'exprime sous cette forme :

$$\ln J = \ln J_0 - K t \quad (1.5)$$

avec  $J_0$  le flux initial [ $m.s^{-1}$ ].

- Le blocage intermédiaire : ce modèle considère également que le soluté bloquera tous les pores. Cependant, dans ce cas, les solutés peuvent également se déposer l'un sur l'autre pour bloquer un pore. Le flux du perméat est dérivé à partir de l'équation 1.4 pour  $n = 1$  :

$$\frac{1}{J} = \frac{1}{J_0} - K A t \quad (1.6)$$

- La constriction des pores : appelé aussi le blocage standard. Ce mécanisme du colmatage réduit le volume des pores de la membrane par le dépôt de particules sur la paroi interne des pores. Ce modèle correspondant à  $n = 3/2$  :

$$\frac{1}{\sqrt{J}} = \frac{1}{\sqrt{J_0}} + \frac{1}{2} K A^{1/2} t \quad (1.7)$$

- Le colmatage par gâteau : la formation du gâteau correspond au dépôt de la matière à la surface de la membrane. Dans ce cas,  $n = 0$  et le flux est exprimé comme suit :

$$\frac{1}{J^2} = \frac{1}{J_0^2} + 2K A^2 t \quad (1.8)$$

Le principal inconvénient de ce modèle c'est qu'il n'envisage pas la présence simultanée de différents mécanismes de colmatage.

### 1.2.2 Modèles des résistances en série

Le modèle hydraulique des résistances en série, inspiré du modèle des résistances électriques en série, permet de modéliser la filtration de suspensions impliquant différents mécanismes du colmatage.

En absence du colmatage, le flux du perméat est proportionnel à la pression appliquée tel qu'exprimé par la loi de Darcy :

$$J = \frac{PTM}{\mu R_m} \quad (1.9)$$

La résistance intrinsèque de la membrane  $R_m$  [ $m^{-1}$ ] est une caractéristique de la membrane elle-même et elle est soit fournie par le fabricant de la membrane, soit déterminée en appliquant la loi de Darcy pour une filtration de l'eau déminéralisée. L'hypothèse de base des modèles des résistance en série stipule que lorsque la membrane se colmate, une résistance de colmatage  $R_F$  [ $m^{-1}$ ] s'ajoute à la résistance intrinsèque de la membrane  $R_m$ , tel que :

$$J = \frac{PTM}{\mu (R_m + R_F)} \quad (1.10)$$

La décomposition de la résistance due au colmatage  $R_F$  diffère d'un modèle à un autre. Le tableau 1.1 résume quelques modèles de résistances en série issus des travaux de traitement de l'eau publiés dans la littérature.

Tableau 1.1 – Des modèles de résistances en série publiés dans la littérature

Références	Résistances en série
Broeckmann <i>et coll.</i> (2006)	$R_{tot} = R_m + R_c + R_{block} + R_{irr}$
Li et Wang (2006)	$R_{tot} = R_m + R_c + R_{sc} + R_{sf}$
Ludwig <i>et coll.</i> (2011)	$R_{tot} = R_m + R_{DS} + R_F$

Broeckmann *et coll.* (2006) [1] considèrent que cette résistance est la somme en série de la résistance de la couche du gâteau formée à la surface de la membrane  $R_c$ , la résistance due au blocage des pores  $R_{block}$  et une résistance due à tous les autres phénomènes du colmatage irréversibles  $R_{irr}$ . La nouveauté de ce travail par rapport à ce qui existait avant est dans la prise en compte des effets d'une part des forces d'adhésion entre les particules et la surface de la membrane, et d'autre part, de la distribution des tailles des pores et des particules dans la modélisation de  $R_c$  et  $R_{block}$ . Les pertes irréversibles des performances de filtration ( $R_{irr}$ ) ont été décrites par une fonction exponentielle simple comme dans [13]. Les résultats de validation du modèle sur des données expérimentales ont montré que le modèle est capable de prédire la pente d'évolution de la courbe de filtration, mais une constante biais entre les résultats expérimentaux et simulés était présent. Selon les auteurs, ce biais est attribué aux pertes de charge dans la tuyauterie et aux mécanismes de colmatage non modélisés, tels que : la formation d'un bio-film et la polarisation de la concentration.

Li et Wang (2006) [2] ont adopté une approche par section pour simuler le colmatages dans un BRM immergée. Cette approche vise à subdiviser la surface de la membrane en sections pour décrire la répartition non-uniforme de l'intensité de cisaillement turbulent créée par l'aération et son effet sur la non-homogénéité du colmatage.

Trois mécanismes du colmatage ont été modélisés dans ce travail : le colmatage par formation du gâteau (modélisé par  $R_{sc}$ ), le colmatage par formation d'un film de

boue dynamique à la surface de la membrane (modélisé par  $R_{sf}$ ) et le colmatage des pores (modélisé par  $R_p$ ). Ce modèle est complexe et renferme beaucoup de paramètres difficiles à identifier. En outre, aucune validation expérimentale de l'approche de modélisation par section de section n'a été donnée en raison de la difficulté d'obtenir des données expérimentales spatiales.

Ludwig *et coll.* (2011) [3] modélisent le colmatage de la membrane par deux résistances en série : une résistance due au colmatage réversible par formation du gâteau  $R_{DS}$  et une résistance due aux autres phénomènes de colmatage  $R_F$ . Le modèle de Ludwig *et coll.* a été calibré et validé sur différents modules de filtration membranaire.

## 1.3 Moyens pour limiter le colmatage

Il existe plusieurs méthodes préventives pour retarder le colmatage de la membrane et conserver ses propriétés le plus longtemps possible, telles que : les prétraitements, le mode de filtration, les lavages physiques de la membrane. Lorsque le colmatage de la membrane est irréversible, les lavages chimiques permettent le retour à une perméabilité proche de celle d'une membrane neuve.

### 1.3.1 Pré-traitement de l'effluent

Le pré-traitement du liquide à l'entrée du système de filtration membranaire peut réduire le colmatage de la membrane et améliorer ainsi la productivité du procédé [14, 15]. Le but de cette étape est d'abattre la charge colmatante du liquide en amont de la membrane. Elle peut se faire par coagulation, floculation, adsorption, oxydation par ozonation, centrifugation, traitement biologique, etc. Le choix de la méthode utilisée est fonction de la composition du liquide à traiter et de l'objectif de séparation membranaire.

La coagulation est le processus de prétraitement le plus utilisé du fait de son faible coût et de sa facilité d'utilisation [14]. Les coagulants peuvent être des macromolécules organiques ou des sels inorganiques.

Xiangli *et coll.* (2008) [16] démontrent que la mise en place d'une étape de coagulation en amont d'un système d'ultra-filtration améliore la rétention des contaminants et maintient de bonnes performances du système de filtration. Par ailleurs, Kimura *et coll.* (2005) [17] étudient l'effet d'une pré-coagulation sur le contrôle du colmatage irréversible des membranes UF de polysulfone utilisées dans la production d'eau potable. Les auteurs constatent que la coagulation dans ce cas est incapable d'éliminer les polysaccharides et les protéines responsables du colmatage irréversible de ces membranes UF.

### 1.3.2 Mode de fonctionnement

Le colmatage est particulièrement sensible au mode de filtration utilisé. Il existe deux principaux modes de fonctionnement : la filtration frontale (dead end en an-

glais) et la filtration tangentielle (cross flow en anglais).

La filtration frontale est le mode de fonctionnement le plus simple à mettre en oeuvre. Il consiste à filtrer la solution perpendiculairement à la membrane. Par conséquent, la matière retenue s'accumule rapidement sur la membrane et une chute importante du flux est observée. Un état stationnaire n'est jamais atteint dans un procédé fonctionnant en mode frontal. Ce type de fonctionnement est plutôt utilisé pour la filtration des suspensions peu chargée en matière colmatante.

À l'inverse, la filtration tangentielle est un mode de fonctionnement onéreux caractérisé par un prix d'investissement et un coût énergétique élevés. Ce mode de fonctionnement est préférentiellement utilisé dans la filtration des solutions chargées en matières en suspension.

En filtration tangentielle, le flux circule parallèlement à la membrane engendrant ainsi des forces de cisaillement à sa surface limitant l'accumulation de matière sur la membrane. Le dépôt à la surface de la membrane met du temps à se construire. Durant cette phase, le flux décroît lentement jusqu'à atteindre un état stationnaire. Les forces de cisaillement créées au voisinage de la membrane limitent le développement du colmatage et retardent les opérations de nettoyage des membranes.

### 1.3.3 Lavage physique

#### Aération

L'injection d'un flux d'air dans les modules membranaires est capable d'induire des turbulences et des forces de cisaillement qui détruisent la couche de polarisation formée au voisinage de la surface de la membrane [18]. L'augmentation du flux d'aération améliore significativement la productivité du système [19]. Toutefois, l'utilisation de l'aération pour limiter le colmatage représente la part la plus importante des dépenses énergétiques des systèmes de filtration en particulier dans les bioréacteurs à membrane. Ainsi, plusieurs travaux ont été réalisés dans les dernières années afin d'optimiser l'injection d'air pour le contrôle du colmatage.

Suh *et coll.* (2013) [20] montrent que l'aération est plus efficace lorsqu'elle est appliquée sur des cycles de lavage que lorsqu'elle est appliquée en continu lors de la filtration.

De même, Wu et He (2012) [21] ont comparé l'effet d'une aération continue et cyclique sur le développement du colmatage dans un bioréacteur à membrane immergée utilisé dans le traitement des eaux usées. Les auteurs observent que la membrane se colmate plus rapidement lorsque l'aération est cyclique, en comparant à une aération en continu. Cependant, un colmatage irréversible moins important et une meilleure productivité du BRM ont été constatés avec une stratégie cyclique d'aération.

Une étude par Vera *et coll.* (2014) [22] montre l'importance de la durée et la fréquence d'aération sur le colmatage de la membrane. Les auteurs montrent que la fréquence optimale d'aération qui correspond à leur cas d'étude ainsi que la durée optimale d'un cycle d'aération sont de 10 *secondes*. De plus, aucune amélioration

n'a été observée lorsque la fréquence a été augmentée davantage.

## Relaxation

La relaxation de la membrane par arrêt du flux convectif de la filtration provoque l'immigration des substances colmatantes attachées d'une manière réversible loin de la surface de la membrane grâce au gradient de concentration [23]. Elle est souvent associée avec une aération de la membrane pour améliorer les forces de cisaillement. La relaxation est une technique appliquée généralement dans le cas des membranes à fibres creuses ou planes [4, 24, 25].

L'efficacité de la relaxation dans l'élimination du colmatage réversible a été confirmée par Hong *et coll.* (2002) [26] et ultérieurement par Wu *et coll.* (2008) [27]. Zsiri *et coll.* (2012) [28] ont étudié l'efficacité de la relaxation sur le colmatage réversible et irréversible d'une membrane fibre creuse immergée dans un BRM traitant des eaux municipales. Les résultats montrent que, en ce qui concerne le colmatage réversible, l'efficacité de la relaxation est comparable au rétrolavage. Alors que, le taux de colmatage irréversible est significativement réduit par rétrolavage, comparant à la relaxation.

La relaxation peut réduire le colmatage réversible de la membrane. Cependant, des périodes de relaxation très fréquentes et longues peuvent entraîner un colmatage sévère de la membrane du fait des flux instantanés importants requis pour maintenir une bonne production totale du procédé de filtration [6, 27]. Ainsi, il est important d'optimiser la fréquence et la durée des cycles de relaxation.

Dans la littérature, les protocoles (durée et fréquence) de relaxation sont divers selon le procédé de filtration et le liquide à traiter. Par exemple, la relaxation des membranes dans les bioréacteurs aérobies est effectuée chaque 7 – 15 *minutes* pendant 1 à 2 *minutes* [4, 6, 29]. Alors que, pour les membranes immergées dans les bioréacteurs anaérobies, la relaxation est plus fréquente par exemple une filtration de 4 à 10 *minutes* est suivie d'une relaxation de 0,5 à 2 *minutes* [6, 30, 31].

Dans de nombreux travaux, les auteurs ont combiné la relaxation au rétrolavage afin d'améliorer l'efficacité des périodes de lavage physique de la membrane sur le contrôle du développement du colmatage [6, 18]. L'étude menée par Martinez-Sosa *et coll.* (2011) montre que 30 *secondes* relaxation, 1 *minute* de rétrolavage puis 10 *minutes* de filtration améliorent significativement la productivité d'un BRM traitant un mélange d'eaux usées municipales et de glucose.

## Rétrolavage

Le rétrolavage correspond à l'inversion du flux à travers la membrane. Différents protocoles (durée et fréquence) de rétrolavage sont publiés dans la littérature. Une étude menée par Wang *et coll.* (2014) [6] les classe en deux groupes :

- un rétrolavage fréquent et rapide : 5 à 12 *minutes* filtration / 5 à 20 *secondes* rétrolavage

- un rétrolavage moins fréquent et plus long : 7 à 16 *minutes* filtration / 0.5 à 1 *minute* rétrolavage.

À échelle industrielle, les cycles de rétrolavage sont rapides et très fréquents. Itokawa *et coll.*(2008) ont constaté à travers une enquête effectuée sur des bioréacteurs à membrane industriels installés en Europe, que le rétrolavage à grande échelle est effectué chaque 3 à 8 *minutes* avec une durée qui varie entre 5 et 50 *secondes*.

Un rétrolavage n'est efficace que si la durée, la fréquence, le flux et la température du rétrolavage sont optimisés [6, 32, 33]. Habituellement, ces paramètres sont fixés sur la base des connaissances de l'opérateur ou choisis parmi différents scénarios testés sur le pilote de filtration [6].

Akhondi *et coll.*(2014) [34] ont étudié la durée optimale d'un cycle de rétrolavage. Les auteurs ont constaté que des cycles de rétrolavage plus longs n'améliorent pas forcément les performances du système de filtration. En effet, le flux du perméat a chuté dramatiquement en augmentant la durée de rétrolavage d'une minute (de 2 à 3 *minutes*).

De même, Robles *et coll.*(2013) [31] ont réalisé différentes expériences sur un bioréacteur à membrane anaérobie afin d'évaluer l'effet de la durée et la fréquence du rétrolavage sur l'efficacité du lavage physique. Dans leur cas d'étude, un rétrolavage de 30 secondes après 50 minutes de filtration a été suffisant pour maintenir une bonne productivité du procédé.

Les auteurs dans [6, 27] insistent sur l'importance de considérer le flux net de perméat lors de l'optimisation du rétrolavage afin de prendre en compte les pertes du volume de perméat pendant les périodes du rétrolavage.

### 1.3.4 Lavage chimique

Lorsque les méthodes du lavage physique énumérées ci-dessus deviennent inefficaces pour récupérer la perméabilité de la membrane, il devient nécessaire de nettoyer la membrane par des agents chimiques.

Le nettoyage chimique cible les substances colmatantes attachées d'une manière irréversible à la membrane.

Quoique les protocoles de nettoyage chimique soient divers selon le procédé de filtration utilisé et la nature du colmatage rencontré, les réactifs chimiques couramment utilisés pour cela sont énumérés ci-dessous :

- Les acides : ils éliminent le colmatage d'origine inorganique. Les acides communément utilisés sont les acides chlorhydrique HCl, nitrique HNO<sub>3</sub> et sulfurique H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> [6].
- Les agents caustiques : ils hydrolysent et solubilisent les substances colmatantes de type organique telles que les protéines et les polysaccharides. Par ailleurs, les agents caustiques induisent une augmentation de la charge négative portée par les substances humiques, ce qui engendre une augmentation des forces répulsives entre la membrane et celles-ci [35, 36].

- Les oxydants : les plus utilisés sont sous forme de d'hypochlorite de sodium NaOCl ou de peroxyde d'hydrogène  $H_2O_2$ . D'une part, les oxydants solubilisent les microorganismes et, d'autre part, ils augmentent le caractère hydrophile des substances colmatantes en oxydant leurs groupement fonctionnels hydrophobes, par exemple, les groupements carboxyliques, cétones ou aldéhydes, etc [35, 36].

## 1.4 Contrôle des systèmes de filtration membranaire

### 1.4.1 Introduction au contrôle des procédés

Dans le cadre du fonctionnement d'un procédé industriel, les performances sont évaluées selon certains critères : la production nette, la qualité du produit, la consommation d'énergie, la qualité des rejets, etc.

L'automatique apporte des solutions pratiques pour garantir le bon fonctionnement du procédé et remplir au mieux l'ensemble de ces critères. La mise en oeuvre de ces solutions consiste à commander -ou contrôler- le système.

Le terme commande -ou contrôle- désigne toute action exercée sur un système pour influencer son évolution dynamique.

Un système contrôlé ou commandé est constitué de deux parties :

- Le système contrôlé lui-même qui effectue les tâches physiques ;
- Le système de contrôle qui transmet au système contrôlé des ordres élaborés sur la base des objectifs à atteindre.

Les systèmes de contrôle peuvent être en boucle ouverte ou en boucle fermée. Le vocabulaire boucle ouverte ou fermée provient du domaine de l'électricité : il faut imaginer donc un circuit électrique ouvert pour un contrôle en boucle ouverte ou fermé pour un contrôle en boucle fermée [37].

Dans le contrôle en boucle ouverte (Figure 1.1), le système de commande n'a pas d'information sur l'évolution du comportement du système contrôlé suite aux ordres qu'il a émis. En d'autres termes, la valeur de la sortie du procédé n'est pas utilisée pour corriger l'écart par rapport à la consigne donnée (le comportement désiré ou set-point en anglais) [37]. Dans ce cas, le système de contrôle applique une commande sans avoir des informations sur ses effets par rapport aux objectifs visés. Le contrôle en boucle ouverte ne peut fonctionner qu'en absence de perturbations et si le modèle de procédé est parfait, mais en pratique, ce n'est pas toujours le cas. Plusieurs phénomènes tels que les erreurs de mesure, les incertitudes de modélisation, les bruits de fonds, les perturbations des entrées font que l'utilisation de contrôle en boucle ouverte est fortement déconseiller [37].

Toutefois, à échelle industrielle, la majorité des systèmes de filtration membranaire sont contrôlés en boucle ouverte. En effet, des séquences de fonctionnement, données



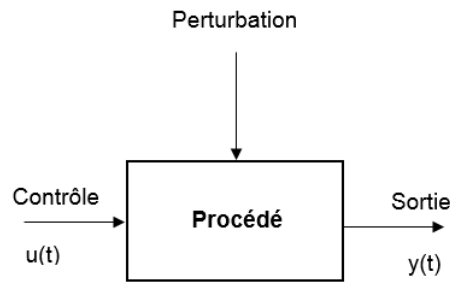


FIGURE 1.1 – Représentation du procédé en boucle ouverte [37]

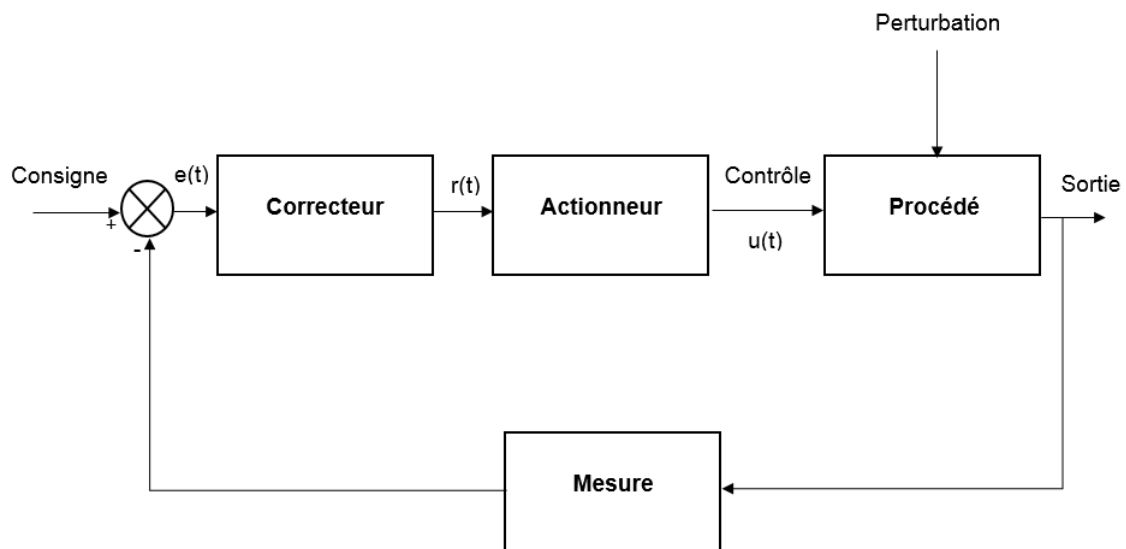


FIGURE 1.2 – Représentation du procédé en boucle fermée [37]

par les fournisseurs des membranes ou connues pour être appropriées, sont appliquées sans tenir compte de l'état du procédé. Ainsi, la séquence de fonctionnement ne peut pas être adaptée dans le cas d'une évolution non conforme du système (par exemple, initiation d'un cycle de lavage si le colmatage devient important).

À l'inverse de la boucle ouverte, l'objectif de contrôle en boucle fermée (Figure 1.2) est de garder la sortie du système aussi proche que possible de la consigne désirée quelques soient les perturbations [37].

Dans la boucle fermée, la rétroaction (rebouclage ou feedback en anglais) du système contrôlé sur le système de contrôle permet à ce dernier de :

- recevoir des mesures de la sortie (des observations) qui permettent de connaître l'état actuel du système et sa réaction suite aux ordres donnés ;
- comparer la valeur mesurée par rapport à la consigne en calculant  $l'cart = consigne - mesure$  ;

- corriger en conséquence à travers un correcteur qui modifie le contrôle afin de réduire l'écart. Le correcteur agit à travers un actionneur (par exemple vanne) auquel il fournit une valeur  $r$  [37].

Dans le domaine de filtration membranaire, la commande en boucle fermée permet de suivre l'évolution des paramètres clés (tels que :  $PTM$ , flux, perméabilité) traduisant l'état du système et, en fonction, de prendre les bonnes décisions de régulation et contrôle afin de répondre à des objectifs fixés (maximiser la production, minimiser la consommation énergétique, etc).

Dans la suite, on présente quelques travaux publiés dans la littérature et qui s'intéressent en particulier à la commande en boucle fermée des procédés de filtration membranaire.

### 1.4.2 Contrôle en boucle fermée des systèmes de filtration membranaire

Divers systèmes de contrôle en boucle fermée ont été développés et appliqués sur des procédés de filtration membranaire à l'échelle pilote afin d'optimiser la stratégie de lavage de la membrane.

En 2006, Smith *et coll.* [38] ont développé un système de contrôle qui surveille l'évolution du  $PTM$  au cours du temps et déclenche un cycle de rétrolavage de 15 secondes lorsque la  $PTM$  dépasse une valeur seuil donnée. Les résultats montrent qu'en appliquant ce contrôleur la quantité du perméat nécessaire au rétrolavage de la membrane peut être réduite de 40 %.

De même, Vargas *et coll.* (2008) ont décrit dans [39] un système de contrôle en boucle fermée qui permet l'initiation automatique des cycles de rétrolavage de la membrane. À la différence de Smith *et coll.*, le contrôleur développé par Vargas *et coll.* se base sur les mesures en ligne de la  $PTM$  et du flux du perméat pour décider l'initiation d'un rétrolavage.

Villarroel *et coll.* (2013) ont également étudié dans [40] l'application d'un système de contrôle en boucle fermée pour l'initiation d'un rétrolavage ou d'une relaxation selon l'état du colmatage de la membrane. Un lavage physique de la membrane est déclenché lorsque la  $PTM$  atteint une valeur seuil prédéfinie. Les résultats présentés dans ce travail ont montré la capacité du système de contrôle à améliorer la productivité d'un bioréacteur à membrane.

La même logique du contrôle a été adoptée par Vera *et coll.* (2014) dans [41] pour initier un rétrolavage de la membrane lorsque la pression atteint une valeur prédéfinie. Cette stratégie de contrôle a été validée avec succès sur 4 mois de fonctionnement permettant un contrôle automatique du rétrolavage de la membrane et une optimisation des performances du procédé. Les auteurs soulignent que l'efficacité du système de contrôle est directement liée au valeur seuil de la  $PTM$  considérée.

Robles *et coll.* (2014) [42] ont optimisé la fréquence du rétrolavage par le développement d'un système de contrôle automatique. La variable de contrôle est la perméabilité calculée à partir des mesures instantanées du flux et de la  $PTM$ .

De nombreux travaux se sont intéressés récemment au développement des systèmes de contrôle en boucle fermée pour la réduction de l'aération.

Le travail de Huyskens *et coll.* (2011) [43] par exemple démontre les capacités d'un système de contrôle en boucle fermée à optimiser l'aération de la membrane nécessaire pour limiter le colmatage. Ce contrôleur admet trois entrées : la mesure du colmatage réversible par un capteur du colmatage, la température et le flux. Selon les valeurs de ces paramètres et des règles implémentées dans le contrôleur, le flux de l'aération est modifié. L'implémentation du contrôleur développé par Huyskens *et coll.* sur un bioréacteur à l'échelle pilote permet une réduction de l'aération de 22 % et le ralentissement du colmatage.

De même Ferrero *et coll.* (2011) [44–46] se sont intéressés au contrôle de l'aération. Pour cela, les auteurs ont développé un système de contrôle en boucle fermée qui utilise la pente d'évolution de la perméabilité à court terme afin de décider d'augmenter ou diminuer l'aération. Une validation à l'échelle pilote du système de contrôle développé montre une réduction de 13 % des besoins en énergie pour l'aération de la membrane.

### 1.4.3 Contrôle optimal

Ces dernières années, la théorie de contrôle optimal est apparue comme un outil très intéressant pour l'optimisation du fonctionnement des systèmes de filtration membranaire.

Historiquement, la théorie de contrôle optimal est née après la seconde guerre mondiale pour répondre à des besoins pratiques de guidage dans le domaine de l'aéronautique.

Le but du contrôle optimal est de déterminer la solution optimale amenant le système dynamique d'un état initial donné à un certain état final désiré, en respectant certain critère d'optimisation et sous des contraintes éventuelles.

Ainsi, un problème de contrôle optimal se définit essentiellement par trois éléments :

- La fonction objectif (ou le critère d'optimisation) : elle exprime mathématiquement les coûts à minimiser ou les bénéfices à maximiser.
- Les contraintes : elles définissent l'ensemble des valeurs admissibles de l'état du système ou du/des contrôle(s).
- Le modèle du procédé : il définit les entrées, les sorties et les états permettant de décrire la dynamique du système réel.

Le Principe du Maximum de Pontryagin (PMP) est le point clé de la théorie de contrôle optimal. Ce principe, formulé par L. S. Pontryagin dans [47], donne une condition nécessaire d'optimalité et permet ainsi de calculer les trajectoires optimales.

Ce principe existe en plusieurs versions découlant de sa version générale. En effet, l'écriture de ses équations varie selon le temps final est fixé ou non dans la fonction coût et l'éventuelle présence des contraintes sur le contrôle et l'état.

L'énoncé général du Principe du Maximum de Pontryagin en absence de contraintes

est donné dans l'annexe A. On conseille le livre de Trélat (2005) [48] pour une présentation plus approfondie du PMP.

Le contrôle optimal d'un procédé peut être appliqué en boucle ouverte ou en boucle fermée. Cristea *et coll.* (2013) [49] ont appliqué la théorie du contrôle optimal afin d'optimiser un système de microfiltration installé dans une chaîne de production de bière. L'objectif de l'optimisation était la minimisation du coût énergétique dû au rétrolavage de la membrane. Afin de modéliser le système de filtration, les auteurs ont considéré un modèle développé par Vollbregt *et coll.* (2010) [50]. Les résultats d'optimisation sont encourageants : l'application de la stratégie optimale de lavage a réduit le coût opérationnel du système.

Un problème de contrôle optimal a été défini par Paulen *et coll.* (2015) [51] afin d'optimiser le fonctionnement d'un procédé de dia-filtration conçu pour la concentration des solutions. Les auteurs ont considéré un objectif complexe d'optimisation qui tient compte de la minimisation de la durée du traitement, la réduction du volume du diluant consommé et des pertes du produit. Le problème d'optimisation dans ce cas est un problème de contrôle optimal multi-objectif. La stratégie de fonctionnement optimale a été déterminée analytiquement par l'application du Principe de Maximum de Pontryagin.

De même, Jelemenský *et coll.* (2016) se sont intéressés dans leurs travaux [11, 52] au contrôle optimal d'un procédé de dia-filtration. L'objectif d'optimisation a été de déterminer la stratégie optimale de fonctionnement permettant la minimisation du temps totale du fonctionnement en limitant le colmatage de la membrane. Les auteurs ont considéré le modèle d'Hermia pour modéliser le colmatage de la membrane. La solution optimale a été déterminée par deux méthodes : une méthode numérique en utilisant des algorithmes d'optimisation dynamique et une méthode analytique en appliquant le Principe de Maximum de Pontryagin.

Une application sur un cas d'étude montre que la stratégie optimale permet des gains significatifs en temps de fonctionnement et en consommation du diluant en comparant à une stratégie classique de fonctionnement.

Cogan *et coll.* (2014,2016) [53, 54] ont appliqué le principe de Maximum de Pontryagin afin de prédire les instants optimaux de commutation entre les périodes de filtration et lavage qui maximisent la production nette d'eau sur un temps de fonctionnement donné d'un procédé de filtration membranaire. Les auteurs ont adopté un modèle spécifique publié dans la littérature décrivant les dynamiques des systèmes d'ultrafiltration/ micro-filtration.

Les résultats sont prometteurs. Cependant, la synthèse optimale de Cogan *et coll.* reste discutable car la condition de transversalité du principe du maximum de Pontryagin (cf. annexe A) n'est pas vérifiée. De plus, la solution proposée n'est applicable qu'à des conditions initiales très spécifiques, correspondant à une membrane complètement propre ou neuve.

## 1.5 Problématique et méthodologie de recherche

L'expansion des procédés de filtration membranaire reste toujours limitée par les problèmes de colmatage des membranes. Le colmatage de la membrane est inévitable, quelles que soient les conditions. Une des façons de faire afin de remédier rapidement à cette limitation est d'anticiper et contrôler le colmatage.

Habituellement, un protocole de lavage (ou une stratégie de fonctionnement) est prescrit par le fournisseur de la membrane afin de limiter son colmatage. Cependant, ces protocoles entraînent dans la plupart des cas un fonctionnement sous-optimal, car ils ne prennent pas en considération les spécificités de procédé de filtration en place.

Les périodes de lavage conduisent à un arrêt de production, une consommation importante des produits de lavage (eau, perméat ou agents chimiques), une dégradation des propriétés mécaniques de la membrane, etc. En particulier et à titre d'exemple, un rétrolavage excessif de la membrane engendre un gaspillage à la fois d'énergie et du perméat. Par contre, un rétrolavage réalisé trop tard ou insuffisant de la membrane favorise le développement du colmatage irréversible.

Pour toutes ces raisons, il est important d'optimiser la stratégie de lavage de la membrane en tenant compte des spécificités du procédé.

Certains chercheurs, par exemple Smith *et coll.* (2006) [38], Vargas *et coll.* (2008) [39], Villarroel *et coll.* (2013) [40] et Vera *et coll.* (2014) [41], ont démontré que l'utilisation des systèmes de contrôle afin d'initier automatiquement des cycles de lavage sur la base d'analyse d'indicateurs de colmatage aboutie à des économies d'énergie et de produit.

Dans la plupart des systèmes de contrôle existants, l'évaluation d'état de la membrane est faite en comparant les indicateurs de colmatage avec des valeurs seuils définies souvent sur la base de l'expertise de l'opérateur ou de l'ingénieur qui fait l'exercice.

D'une autre côté, la théorie de contrôle optimal a été appliquée afin d'optimiser les performances de systèmes de filtration membranaire. À notre connaissance, seul Cogan *et coll.* (2014,2016) [53, 54] ont utilisé la méthode de contrôle optimal et en particulier le principe de Maximum de Pontryagin afin de déterminer la stratégie de rétrolavage optimale qui maximise la production nette d'un procédé de MF/UF. Toutefois, la solution optimale déterminée par Cogan *et coll.* est très spécifique aux caractéristiques du procédé étudié et aux conditions opératoires considérées. De plus, la solution proposée n'est pas applicable que si le procédé en place peut être simulé par le modèle mathématique considéré par Cogan *et coll.* et sous des conditions bien déterminées (par exemple : la membrane doit être neuve au départ).

Les faiblesses et les lacunes énumérées ci-dessus justifient la nécessité de chercher à développer de nouveaux outils permettant de proposer une conduite optimale des systèmes de filtration membranaire. Idéalement, l'objectif de ce présent travail est de répondre aux problématiques suivantes :

- Choisir un modèle mathématique capable de simuler un grand nombre de procédés de filtration membranaire ;
- Optimiser le fonctionnement d'un système de filtration membranaire fonctionnant à PTM constante, de façon à limiter le colmatage et maximiser sa production nette sur un intervalle de temps donné.

Le premier verrou implique d'une part l'identification du mécanisme prépondérant de colmatage afin d'en tenir compte dans la modélisation mathématique. Ceci passe donc par une étude à l'échelle laboratoire de la filtration des suspensions connues, comme décrit dans le chapitre 2, et d'autre part la comparaison de différents modèles issus de la littérature afin d'en choisir un qui peut être utilisé pour des fins d'optimisation et de contrôle (chapitre 3).

En ce qui concerne le deuxième verrou, la détermination de la stratégie optimale de lavage a été conduite dans le chapitre 4 par une approche numérique directe qui utilise des solveurs d'optimisation programmés sous MATLAB puis dans le chapitre 5 par une approche analytique qui applique le PMP. L'originalité de l'approche analytique réside dans la détermination d'une solution générique qui peut être ensuite adaptée aux spécificités du procédé en place et aux conditions opératoires considérées.



# Chapitre 2

## Identification du type de colmatage dominant par une approche expérimentale

### 2.1 Introduction

Les objectifs de ce chapitre sont :

- d'apporter les premiers éléments de réponse concernant la séparation de quelques suspensions dont la filtration constitue un intérêt industriel ;
- d'étudier et de comprendre les mécanismes du colmatage lié à la filtration de chaque suspension considérée ;
- de déterminer l'influence de la pression appliquée et du seuil de coupure de la membrane sur le développement d'un colmatage irréversible ;

Pour atteindre ces objectifs, nous filtrons deux suspensions différentes : une lie de vin et un digestat liquide. Les tests de filtration ont été effectués sur quatre membranes différentes :  $1,4 \mu m$ ,  $0,2 \mu m$ ,  $50 kDa$  et  $1 kDa$ .

Afin d'étudier l'influence de la pression appliquée, les expériences ont été réalisées à deux pressions différentes :  $1,5 bar$  et  $3 bar$ .

Dans un premier temps, nous décrivons les différentes suspensions considérées et l'intérêt de leur filtration. Ensuite, le matériel et les méthodes adoptés pour l'obtention des données expérimentales nécessaires à l'étude des mécanismes de colmatage lors de la MF et l'UF seront présentés. Enfin, les résultats sont analysés et des conclusions quant au mécanisme du colmatage sont proposées.



## 2.2 Suspensions filtrées

### 2.2.1 La lie de vin

La lie de vin est un sous-produit liquide issu de l'industrie vinicole. Le règlement de l'union européenne (CEE) N° 337/79 définit la lie de vin comme étant "le résidu qui se forme au fond des récipients contenant du vin, après la fermentation, pendant le stockage ou après les traitements autorisés, ainsi que le résidu obtenu suite à la filtration ou à la centrifugation de ce produit". La lie de vin est principalement composée de microorganismes (essentiellement des levures), d'acide tartrique, de matière inorganique et de composés phénoliques [55].

La lie constitue une source potentielle de pollution vue sa forte teneur en alcool, matière organique, levures et bactéries. C'est pour cette raison que les réglementations européennes sont strictes en ce qui concerne l'élimination de ce sous-produit. En France, les viticulteurs doivent livrer la totalité des sous-produits vinicoles en distillerie afin de les traiter en respectant les normes environnementales.

Les lies de vins sont valorisées par distillation en deux coproduits : l'alcool utilisé ensuite dans l'industrie chimique et les vinasses qui servent d'engrais chimiques pour les agriculteurs. Toutefois, en raison de sa forte concentration en matière solide (entre 20 % et 30 %), la distillation de la lie pose un réel problème dû essentiellement à l'encrassement des colonnes de distillation. La filtration membranaire en amont de la distillation de la lie constitue une solution pour limiter le colmatage de la colonne en gardant les colmatants hors des équipements de distillation.

Afin d'évaluer la faisabilité de la séparation de la lie par filtration membranaire, des expériences de MF et UF ont été réalisées sur des lies de vins collectées auprès de d'une distillerie de la région du Languedoc en France.

### 2.2.2 Le digestat liquide

Le digestat est un résidu de la digestion anaérobie des déchets organiques. La digestion anaérobie, également appelée méthanisation, est un processus de dégradation de la matière organique par des bactéries en absence d'oxygène. Ce processus génère du biogaz qui est une source d'énergie renouvelable et le digestat qui constitue le résidu de la méthanisation.

La composition du digestat est tributaire de la nature des déchets organiques traités. Toutefois, il est généralement composé de matières organiques non biodégradables, d'éléments fertilisants (azote, phosphore, potassium), d'ions (calcium et le magnésium), de sels métalliques (Fer, Aluminium, Zinc, Cuivre) et d'eau.

Sur un plan réglementaire et jusqu'à l'heure actuelle, le digestat est considéré comme un "déchet" qui doit faire l'objet d'un épandage. L'épandage de digestat brut présente un risque de contamination des nappes phréatiques. Aussi, une étape de séparation solide/liquide en aval de l'épandage est nécessaire afin de limiter ces risques et valoriser le caractère fertilisant du digestat. Certes, cette étape permet de récupérer un concentrat solide riche en matière organique et présentant un caractère fertili-

sant évident, mais également une fraction liquide chargée en ammonium et en sels divers dont le rejet direct peut avoir des conséquences néfastes sur l'environnement. Ainsi, un traitement de cette phase liquide s'impose. Dans ce cadre, les procédés membranaires ont montré leur intérêt dans la clarification et la désinfection de la fraction liquide des digestats pour produire une eau réutilisable.

Dans nos travaux nous avons effectué la MF et UF d'un digestat liquide issu d'un digesteur anaérobie du Laboratoire de Biotechnologie et de l'Environnement (LBE) traitant certains déchets d'une Station d'Épurations des Eaux usées (STEP) française. Le digesteur est alimenté quotidiennement par un mélange constitué de 41.5 % de boue primaire, 58.3 % de boue secondaire et de 0.17 % de graisse.

## 2.3 Matériels et méthodes

### 2.3.1 Méthodes analytiques

#### Mesures de matière sèche et volatile

La matière sèche (MS) est le résidu sec obtenu après évaporation de l'eau contenu dans un produit. Elle caractérise non seulement la fraction non dissoute (la matière en suspension, MES) mais aussi la fraction dissoute de la matière organique et inorganique.

Les matières sèches des alimentations et perméats ont été mesurées par évaporation d'une masse connue dans une étuve (MEMMERT) pendant au moins 24 heures à 105 °C. La masse qui reste après évaporation de l'eau constitue la matière sèche. La concentration en matière sèche, MS [ $g.L^{-1}$ ] est calculée selon l'équation suivante :

$$MS = \frac{M_1 - M_c}{M_0 - M_c} \rho \quad (2.1)$$

Avec :

$M_c$  : masse de creuset [ $g$ ];

$M_0$  : masse initiale +  $M_c$  [ $g$ ];

$M_1$  : masse du résidu sec après séchage à 105°C +  $M_c$  [ $g$ ];

$\rho$  : masse volumique de l'alimentation [ $g.L^{-1}$ ].

Pour déterminer la matière volatile (MV), le solide séché est calciné ensuite dans un four (NOBERTHERM) à 550°C pendant deux heures. Le creuset est refroidi pendant au moins 12 h jusqu'à avoir une masse stable. La matière organique est ainsi volatilisée et le résidu qui subsiste n'est plus constitué que des fractions minérales. La concentration totale en matière volatile (MV) est obtenue par différence entre la valeur de la matière sèche (MS) et la masse de résidu après calcination à 550°C :

$$MV = MS - \frac{M_2 - M_c}{M_0 - M_c} \rho \quad (2.2)$$

avec :

$M_2$  : masse de résidu sec après calcination à  $550^\circ C$  pendant 2 heures  $+M_c$  [g].

### Mesures de la demande chimique en oxygène (DCO)

La demande chimique en oxygène (DCO) est une mesure représentative de la pollution organique. La DCO correspond à la quantité de dioxygène, exprimée en  $mg.L^{-1}$ , nécessaire pour oxyder les constituants organiques présents dans l'échantillon dans les conditions opératoires fixées par les normes (NF T 90 101).

Des kits de la marque AQUA LYTIC sont utilisés pour effectuer des mesures de la DCO. La gamme de mesure utilisée s'étend de 0 à  $1500 mg.L^{-1}$ . Des dilutions ont été effectuées afin d'élargir l'intervalle de mesure.

Ces kits sont formés par des tubes avec réactifs intégrés. Le principe de la méthode repose sur l'oxydation de la matière organique présente dans l'échantillon en milieu acide ( $H_2SO_4$ ) par un excès du bichromate de potassium ( $K_2Cr_2O_7$ ) et en présence d'un catalyseur (le sulfate d'argent). Les éventuelles interférences dues à la présence d'ions chlorures sont masqués par le sulfate de mercure.

Les tubes contenant 2 mL d'échantillon sont chauffés dans un thermo-réacteur (VELP SCIENTIFICA EC 25) pendant 120 minutes à la température de  $150^\circ C$ . Après chauffage, les ions bichromates (orange) sont réduits par les composés organiques en ions chromiques (vert).

Après refroidissement à la température ambiante, les tubes sont analysés dans un spectrophotomètre de la marque AQUA LATIC MULTIDIRECT qui détermine la concentration de DCO en utilisant une relation linéaire entre l'absorption et la concentration en ions chromiques.

### pH

Il est important de connaître la valeur de pH de l'effluent à filtrer car les matériaux des membranes utilisées sont sensibles aux valeurs extrêmes de pH. Le pH a été mesuré en utilisant un pH-mètre portatif HANNA HI9125 étalonné avec des solutions tampons de pH 7 et pH 4.

### 2.3.2 Étude de la distribution des tailles des particules dans les effluents

Afin d'éliminer les agglomérats grossiers, les effluents ont tout d'abord été pré-filtrés sur une membrane géotextile de la marque TenCate Geotube dont la taille des pores est d'environ  $400 \mu m$  (cf. annexe B, figure B.1). Cette membrane est élaborée à partir de fibres synthétiques.

Ensuite, des tests de tamisage ont été effectués afin de déterminer la distribution de tailles des particules en suspension dans chaque effluent. Pour ce faire, des membranes en Nylon (Merck Millipore Ltd) de trois seuils de coupures différents :  $100 \mu m$ ,  $41 \mu m$  et  $10 \mu m$  ont été utilisées. Le module de filtration utilisé (cf. annexe B, figure B.2) opère avec une pompe de succion branché du côté du filtrat sous une pression trans-membranaire faible qui ne dépasse pas  $0.2 bar$ .

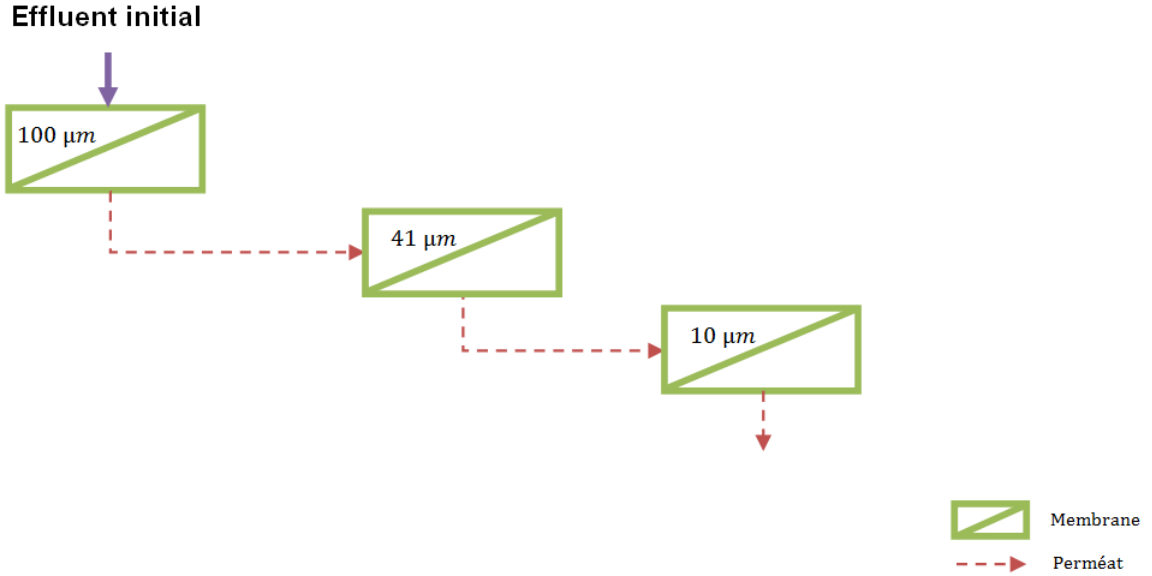


FIGURE 2.1 – Schéma explicatif du principe du test de tamisage

Le but est de fractionner les particules de chaque effluent en quatre ensembles de tailles différentes ( $> 100 \mu m$  ;  $100 - 41 \mu m$  ;  $41 - 10 \mu m$  ;  $< 10 \mu m$ ). La filtration a été effectuée en cascade dans le sens décroissant des tailles des pores des membranes, comme le schématise la figure 2.1.

Les filtrations ont été réalisées à température ambiante. Des échantillons de perméats de chaque étage de filtration ont été stockés à  $4^\circ C$  en vue d'être analysés en termes de MS et de DCO. La MS et la DCO de chaque étage de filtration nous ont permis de déterminer la distribution de tailles des particules et de la pollution dans les différentes suspensions. Le pourcentage des particules retenues dans un étage  $P_{Etage}$  correspond au rapport entre la différence de la MS à l'entrée  $MS_{E,E}$  et de la MS à la sortie de l'étage  $MS_P$  et la MS initiale de la suspension  $MS_i$ , comme le définit l'équation suivante :

$$P_{Etage}(\%) = \frac{MS_{E,E} - MS_P}{MS_i} \times 100 \quad (2.3)$$

De la même manière, la distribution de la DCO entre les différents étages de filtration est déterminée :

$$DCO_{Etage}(\%) = \frac{DCO_{E,E} - DCO_P}{DCO_i} \times 100 \quad (2.4)$$

avec :

$DCO_{Etage}$  : le pourcentage de DCO retenue dans un étage de filtration ;

$DCO_{E,E}$  : la DCO à l'entrée de l'étage ;

$DCO_P$  : la DCO de perméat à la sortie de l'étage ;

$DCO_i$  : la DCO initiale de la suspension à filtrer.

### 2.3.3 Prétraitements

Pour éviter tout risque d'endommagement de la pompe de circulation du pilote de filtration frontale, des pré-traitements ont été mis en place afin d'enlever la fraction solide supérieure à  $50\ \mu\text{m}$  dans la lie et le digestat liquide.

Pour ce faire, la lie a été pré-filtrée sur une membrane en nylon de  $41\ \mu\text{m}$  (Merck Millipore Ltd) en utilisant le module de filtration représenté sur la figure B.2 (cf. annexe B). Par contre, cette pré-filtration a été impossible à conduire dans le cas du digestat liquide vue sa forte concentration en particules dont la taille est supérieure à  $41\ \mu\text{m}$ . Pour cette raison, le digestat liquide a plutôt été centrifugé à 4000 rpm pendant 10 minutes à  $20^\circ\text{C}$  avec une centrifugeuse Avanti J-25 de Beckman Coulter avant d'être pré-filtré à  $41\ \mu\text{m}$ .

### 2.3.4 Filtration frontale

Le système de filtration représenté sur la figure 2.2 a été conçu et réalisé au halle du laboratoire de biotechnologie de l'environnement de l'INRA à Narbonne (LBE-INRA France), pour effectuer nos tests de filtration. Une photographie du système de filtration est donnée dans l'annexe B, figure B.3.

Ce pilote est composé d'une pompe de circulation, d'une cellule de filtration, d'un système d'enregistrement de pression en ligne et d'une balance connectée à un ordinateur.

L'effluent à filtrer, placé dans le réservoir d'alimentation, est entraîné vers la cellule de filtration via un tuyaux par la pression d'une pompe à engrenages à entraînement magnétique de TUTHILL. L'alimentation est soumise à une agitation continue par un agitateur magnétique (Heidolph MR 3000) et un barreau aimanté afin d'homogénéiser la suspension.

La cellule de filtration est un porte disque SPIRLAB conçue par l'industrie TAMI. Cette cellule utilise des membranes planes minérales constituées de couches de céramiques poreuses de la marque TAMI INSIDE DISRAMTM. La couche filtrante et le support sont formés par le même matériaux : le dioxyde de titanium ( $TiO_2$ ). Ces membranes sont d'épaisseur  $2.5\ \text{mm}$  et de surface filtrante  $52.7\ \text{cm}^2$ . Elles ne supportent pas une pression supérieure à  $4\ \text{bar}$ .

La configuration de l'unité de filtration permet d'avoir un écoulement frontal ou tangentiel à la surface de la membrane. En effet, la cellule est dotée d'une entrée et de deux sorties : une sortie de perméat et une sortie de retentât.

La sortie de retentât est reliée au réservoir d'alimentation par une vanne qui doit être complètement fermée pour un fonctionnement en frontal.

Un joint d'évacuation spiralé placé en dessous de la membrane perturbe le mouvement de perméat dans l'enceinte et permet ainsi d'avoir un jet de perméat latéral, à la sortie.

Un joint torique, placé au dessus de la membrane, assure l'étanchéité entre celle-ci et la partie supérieure du module de filtration.

Deux capteurs de pression et deux manomètres (précision  $\pm 1\%$ ) ont été placés à

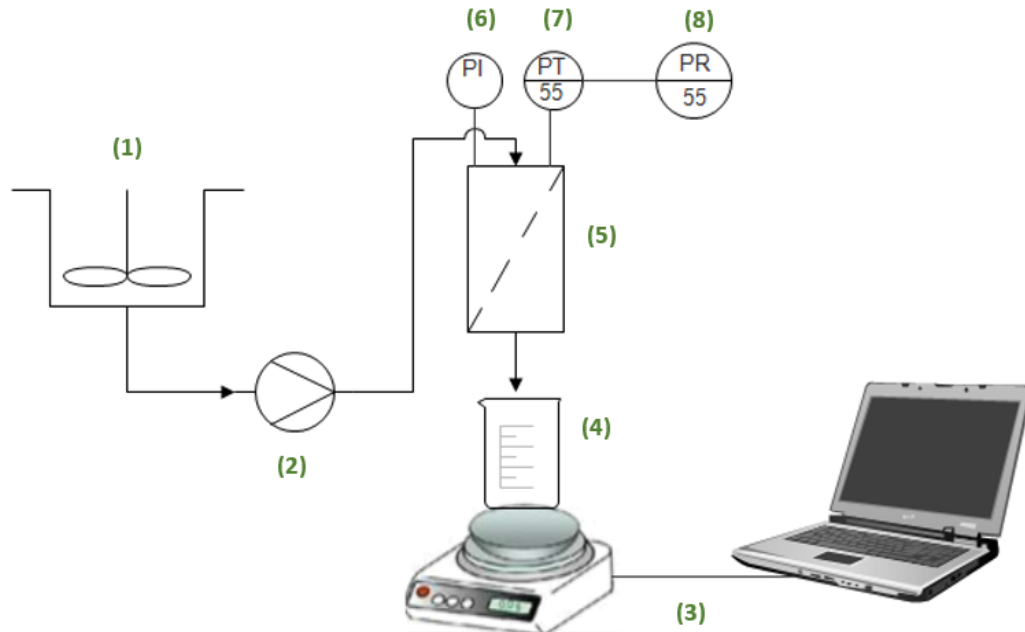


FIGURE 2.2 – Le pilote de filtration : (1) réservoir d'alimentation avec agitation magnétique, (2) pompe de circulation, (3) balance et système d'acquisition de la masse, (4) bécher pour récupérer le perméat, (5) pilote de filtration membranaire, (6) manomètre, (7) capteur de pression, (8) système d'acquisition de pression

l'entrée d'alimentation et à la sortie de retentât du module. Les manomètres permettent de surveiller visuellement la pression tandis que les capteurs (IFM ELECTRONIC PT5404 de précision  $< pm0,5\%$  ) détectent la pression en amont et en aval de la membrane et l'envoient à un système d'acquisition sous forme d'un signal analogique. Ainsi, les capteurs de pression sont connectés à un enregistreur JUMO LOGOSCREEN 500 CF. Ce dispositif permet d'enregistrer, visualiser et stocker sur une carte "compact flash" la pression d'entrée et de sortie du retentât au cours du temps. Une période d'échantillonnage de 3 secondes a été choisie.

Afin de traiter les données enregistrées, un logiciel d'exploitation (PCA 3000) a été installé sur l'ordinateur. Ce logiciel a été spécialement développé pour l'enregistreur JUMO.

En fonctionnement tangentiel, la  $PTM$  correspond à la moyenne de la somme des pressions d'entrée et de sortie retentât dans la mesure où le perméat est à pression atmosphérique (0 bar). En filtration frontale, la  $PTM$  est égale à la pression d'alimentation.

Le perméat est récupéré dans un bécher placé sur une balance (SARTORIOUS CPA3202S de précision 0.01 g) connectée à un ordinateur afin d'enregistrer la masse filtrée au cours du temps. La masse  $m_p$  est enregistrée toutes les 3 secondes. L'exploitation des données enregistrées permet de quantifier le débit de perméat  $Q_p$  selon

l'équation suivante :

$$Q_p = \frac{m_p}{\rho t} \quad (2.5)$$

avec  $\rho$  la masse volumique de perméat et  $t$  le temps de filtration.

Les expériences sont réalisées à  $PTM$  constante, en mode frontal et à température ambiante ( $25^\circ C$ ). Afin de déterminer les mécanismes de colmatage intervenant lors de la MF et l'UF, quatre membranes en céramique de seuils de coupures différents ont été sélectionnées :

- Deux membranes de microfiltration :  $1.4 \mu m$  et  $0.2 \mu m$  ;
- Une membrane d'ultrafiltration :  $50 kDa$  ;
- Une membrane d'ultrafiltration fine :  $1 kDa$ .

Les perméabilités à l'eau ( $L_p$ ) et les résistances intrinsèques ( $R_m$ ) de ces membranes sont résumés dans le tableau 2.1.

Tableau 2.1 – Perméabilités à l'eau et résistances propres des membranes de filtration

	$1.4 \mu m$	$0.2 \mu m$	$50 kDa$	$1 kDa$
$L_p (L.m^{-2}.h^{-1}.bar^{-1})$	2070	970	174	49
$R_m (10^{12} m^{-1})$	0,19	0,4	5	9

Les filtrations ont été effectuées à deux pressions différentes :  $1.5$  et  $3 bar$  afin d'étudier l'effet de la pression sur l'évolution du flux de perméat et le colmatage de la membrane.

Les résultats obtenus seront interprétés dans la section 2.4.2 en terme de vitesse ( $dJ/dt$ ) et taux de réduction du flux ( $RI, \%$ ) défini par l'équation 2.6 :

$$RI(\%) = \frac{J_0 - J_T}{J_0} * 100 \quad (2.6)$$

avec  $J_0$  le flux initial de perméat (à  $t = 0$ ) et  $J_T$  le flux final de perméat (à  $t = T$ ).

Avant chaque expérience, la première chose à faire est de contrôler la résistance intrinsèque de la membrane afin de s'assurer que celle-ci est toujours dans le même état de propreté de départ.

Une fois que la résistance propre de la membrane a été mesurée, le réservoir d'alimentation est rempli par la solution à filtrer. La pression de travail est fixée à la valeur souhaitée ( $1.5$  ou  $3 bar$ ) en agissant sur la vitesse de la pompe.

Un cycle de filtration de  $10 minutes$  a été choisi. A la fin de la filtration, le perméat est récupéré et stocké à  $4^\circ C$  afin d'effectuer différentes analyses (DCO et MS).

La membrane subie ensuite le protocole de lavage décrit dans la section 2.3.5 afin d'identifier et de quantifier les mécanismes de colmatage intervenant lors de la filtration.

### 2.3.5 Détermination de la résistance des membranes

En vue de déterminer le mécanisme de colmatage prédominant dans un système de filtration MF et UF, la résistance hydraulique de la membrane après chaque étape de lavage est calculée, comme le schématise la figure 2.3.

Après 10 *minutes* de filtration, la résistance totale ( $R_{tot}$ ) de la membrane est calculée en exploitant les données de débit et de pression enregistrées dans le temps et selon l'équation 2.7 :

$$R_{tot} = \frac{PTM A}{\mu Q_p} \quad (2.7)$$

avec  $\mu$  est la viscosité du perméat [ $Pa.s$ ].

En filtration frontale, la pression trans-membranaire  $PTM$  correspond à la pression d'alimentation  $P_a$ . La résistance définie par l'équation 2.7 décrit l'état final de la membrane après un cycle de filtration. Elle correspond à la somme de la résistance intrinsèque de la membrane  $R_m$  et la résistance du colmatage suite à la filtration  $R_F$ . La résistance du colmatage est composé d'une résistance réversible  $R_c$  et d'une résistance irréversible  $R_{irr}$ .

Ensuite, la membrane est retirée de la cellule de filtration puis mise sous un filet d'eau distillée afin d'éliminer le gâteau formé à la surface. Un essuyage doux avec une éponge est parfois nécessaire pour éliminer le dépôt présentant une adhésion plus forte à la surface de la membrane.

Avant de replacer la membrane dans la cellule de filtration, la tuyauterie est rincée à l'eau distillée afin d'éliminer les résidus des suspensions filtrées. Ensuite, une deuxième résistance hydraulique  $R_1$  est déterminée en filtrant l'eau distillée. Cette résistance correspond à la somme de la résistance intrinsèque de la membrane  $R_m$  et la résistance irréversible  $R_{irr}$  qui nécessite un lavage chimique pour être éliminée.

Le lavage chimique de la membrane se fait en deux étapes selon les recommandations de fournisseurs de ces membranes. Dans un premier temps, la membrane est plongée dans une solution alcaline de soude de  $15 g.L^{-1}$  à  $80^\circ C$  pendant 30 *minutes*. Ensuite, la membrane est replacée dans le module de filtration et rincée à l'eau distillée jusqu'à neutralité de perméat. Cette étape de lavage alcalin a pour but d'éliminer les composés organiques adhérant au matériau membranaire. Dans un deuxième temps, la membrane est trempée dans une solution d'acide nitrique à 58 % ( $5 ml.L^{-1}$ ) pendant 15 *minutes* à une température de  $50^\circ C$  afin de détacher les composés inorganiques. Ces composés sont éliminés par un lavage de la membrane à l'eau distillée dans la cellule de filtration jusqu'à ce que le pH de perméat atteigne la valeur du pH de l'eau.



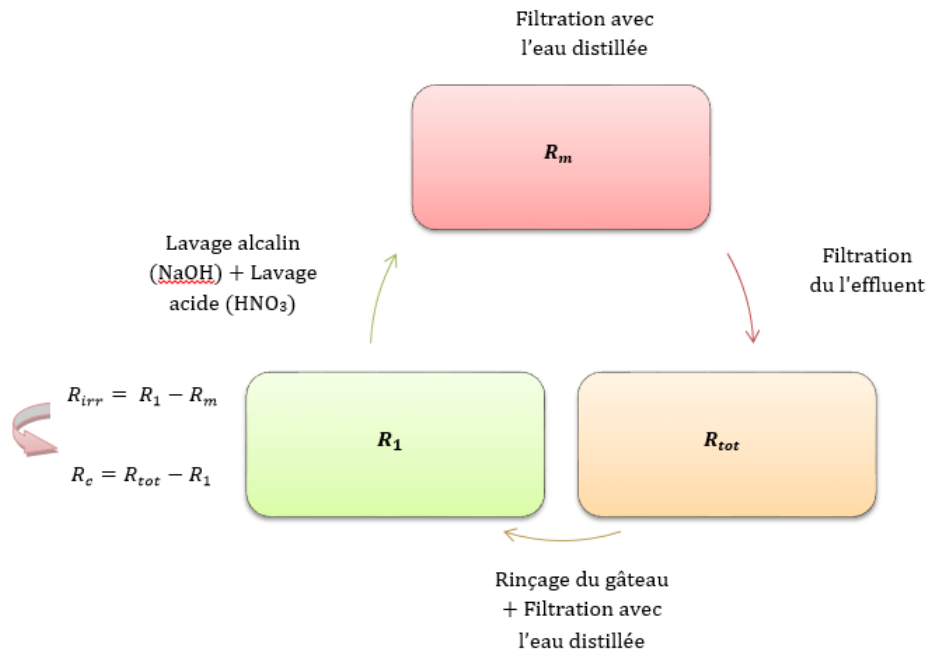


FIGURE 2.3 – Protocole d'identification des mécanismes de colmatage

## 2.4 Résultats expérimentaux

### 2.4.1 Caractérisation physico-chimique des effluents

#### Avant pré-traitement

Les résultats de caractérisation de la lie et du digestat liquide (cf. tableau 2.2) mettent en avant de fortes concentrations en matière solide ( $MS > 20 \text{ g.L}^{-1}$ ). Les valeurs de la  $DCO$  montrent que la lie est un effluent qui contient une charge organique beaucoup plus importante que le digestat liquide. En plus de la matière organique, les deux effluents contiennent une quantité importante de matières minérales (de l'ordre d'une dizaine de grammes de  $MV$  par litre). La lie a un pH acide alors que celui du digestat liquide est plutôt basique.

Tableau 2.2 – Caractérisation physico-chimique de la lie et le digestat liquide avant les pré-traitements

	La lie	Le digestat liquide
pH	4	8
Masse volumique ( $\text{g.L}^{-1}$ )	1014	1007
MS ( $\text{g.L}^{-1}$ )	46	23
MV ( $\text{g.L}^{-1}$ )	20	16
DCO ( $\text{gO}_2.\text{L}^{-1}$ )	241	69

Les résultats de la distribution des tailles des particules de la lie de vin et de digestat liquide sont représentées dans la figure 2.4.

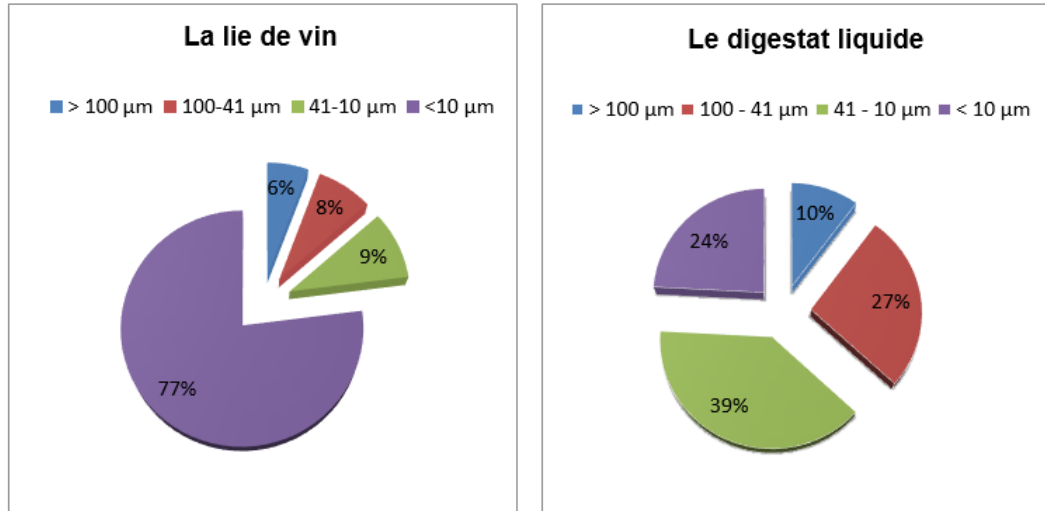


FIGURE 2.4 – La distribution des tailles des particules dans la lie de vin et le digestat liquide avant pré-traitement

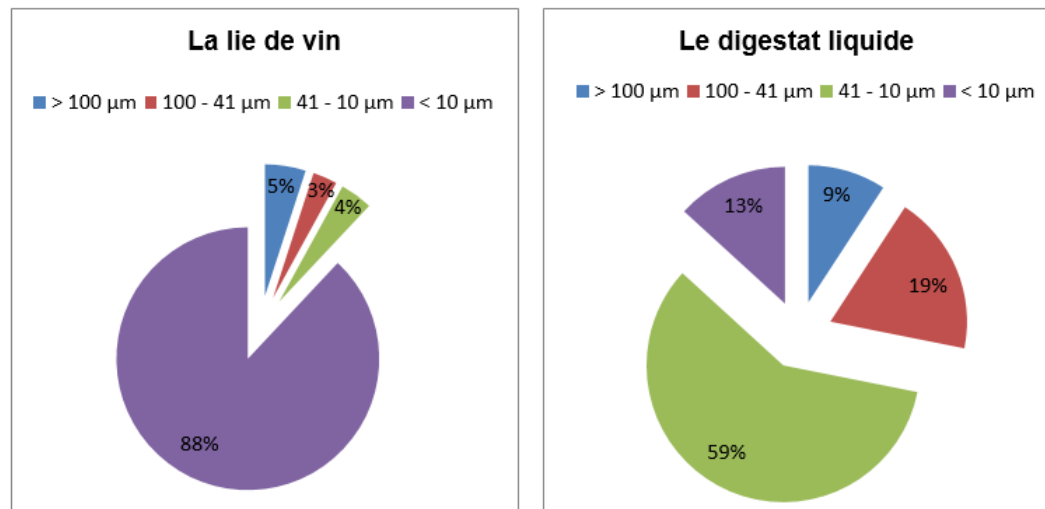


FIGURE 2.5 – La distribution de la DCO dans la lie de vin et le digestat liquide avant pré-traitement

Ces résultats montrent que les deux effluents renferment une charge importante en solides de grandes tailles. En effet, le pourcentage des particules dont les tailles sont supérieures à 41 µm est de 14 % pour la lie de vin contre 37 % pour le digestat liquide. Étant donné que les particules dont la taille est supérieure à 50 µm peuvent endommager la pompe de circulation du pilote de filtration, un pré-traitement plus

poussé des deux effluents s'impose.

Toutefois, 58% de la pollution organique du digestat est contenue dans la fraction de solides de tailles entre 41 et 10  $\mu m$  (cf. figure 2.5). Quant à la lie, la figure 2.5 montre que presque 90 % de la pollution est dans les particules inférieures à 10  $\mu m$ .

### Après pré-traitement

Les nouvelles caractéristiques des effluents après avoir subi les pré-traitement décrits dans la section 2.3.3 sont indiquées dans le tableau 2.3.

Tableau 2.3 – Caractérisation physico-chimique de la lie et le digestat liquide après les pré-traitements décrits dans la section 2.3.3

	La lie de vin	Le digestat liquide
pH	4	8
Masse volumique ( $g.L^{-1}$ )	997.3	998.7
MS ( $g.L^{-1}$ )	23.2	3.5
MV ( $g.L^{-1}$ )	19.7	15.7
DCO ( $gO_2.L^{-1}$ )	165	11,2

Les nouvelles distributions des tailles des particules et de la DCO des deux effluents sont représentées dans les figures 2.6 et 2.7. Une grande partie de la matière sèche contenue dans le digestat liquide a été éliminée lors de l'étape de pré-traitement : plus de 60 % de ces particules sont en effet de tailles supérieures à 41  $\mu m$ .

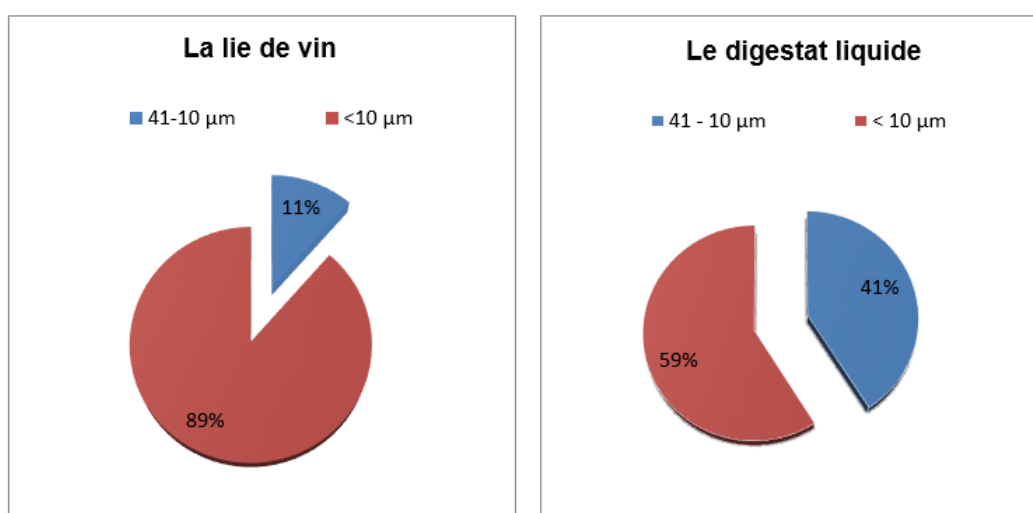


FIGURE 2.6 – La distribution des tailles des particules dans la lie de vin et le digestat liquide après pré-traitement

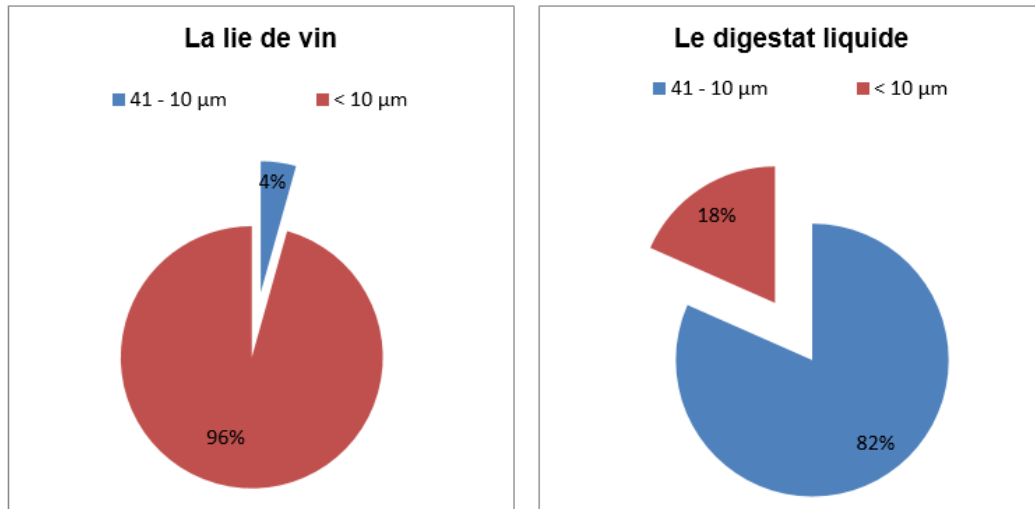


FIGURE 2.7 – La distribution de la DCO dans la lie de vin et le digestat liquide après pré-traitement

## 2.4.2 Performances de séparation

### Sélectivité des membranes

La sélectivité des différentes membranes a été comparée en termes de rétention de la MS et la DCO. Les résultats (cf. figures 2.8 et 2.9) montrent que, pour les deux effluents, les abattements de la MS et de la DCO s'améliorent lorsque le seuil de coupure de la membrane diminue et la PTM est plus importante.

Pour toutes les conditions opératoires, la rétention de la MS dans le cas de digestat liquide est plus élevée que celle dans le cas de la lie de vin. Sous 3 bar, l'abattement de la MS varie entre 90 – 92 % pour le digestat liquide tandis que pour la lie de vin il se limite à 28 % pour les membranes MF et entre 53-71 % pour les membranes UF. De même, les rétentions en DCO par les membranes considérées sont nettement meilleures pour le digestat : ils varient entre 94 – 98 % contre 16 – 55% pour la lie de vin.

### Évolution du flux de perméat

Au début de l'essai, nous observons pour toutes les conditions opératoires une chute brutale de la perméabilité de la membrane au regard de sa perméabilité à l'eau pure. La chute initiale de la perméabilité est d'autant plus importante que la taille des pores de la membrane est plus grande. Par exemple, dans le cas de la filtration de digestat liquide à 1.5 bar, une chute de 99 % a été observée pour la membrane 1.4 µm, contre 83 % pour la membrane 1 kDa.

Des tendances similaires ont été constatées par Carretier *et coll.*[56] lors de la filtration de digestat liquide d'origine animale sur des membranes UF (300 kDa, 50 kDa, 1 kDa). Les auteurs ont expliqué cela par l'apparition d'une couche de polarisation

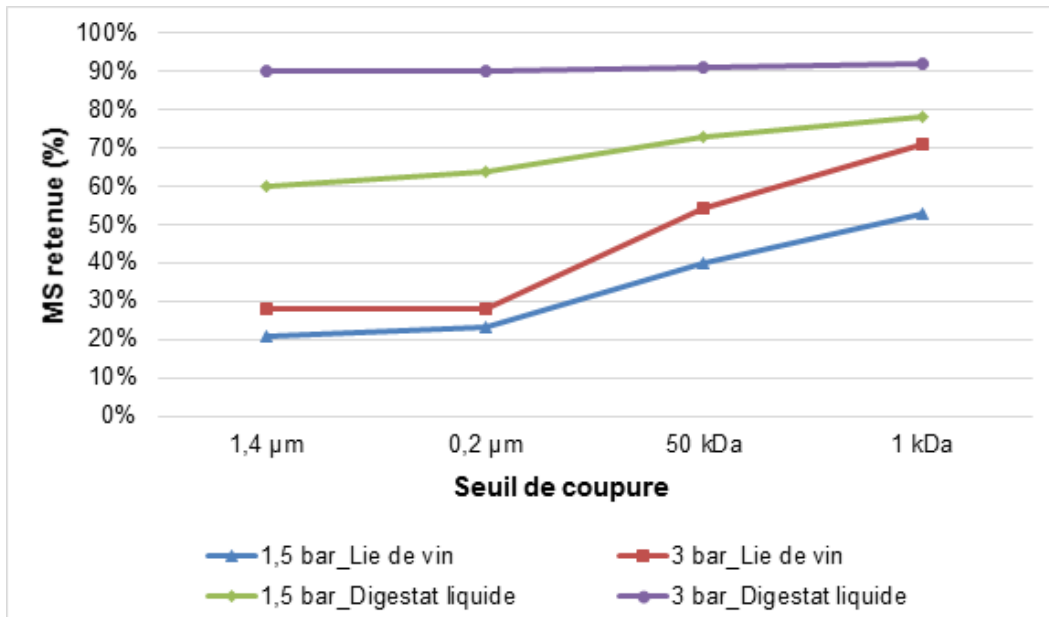


FIGURE 2.8 – Rétention de la MS en fonction de seuil de coupure de la membrane et de la pression appliquée

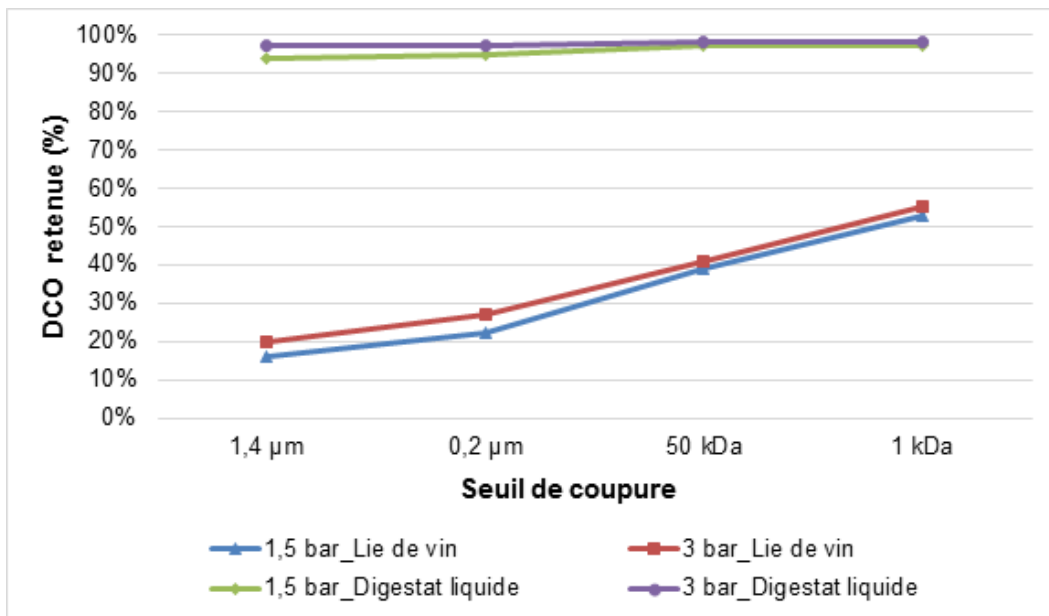


FIGURE 2.9 – Rétention de la DCO en fonction de seuil de coupure de la membrane et de la pression appliquée

à la surface de la membrane due à une concentration élevée en ions et en matières organiques solubles.

Ensuite, au cours de la filtration, le flux décroît plus ou moins exponentiellement

jusqu'à atteindre à la fin un état quasi-stationnaire. La vitesse ( $dJ/dt$ ) et le taux de réduction du flux ( $RI, \%$ ) défini par l'équation 2.6 sont dépendants de la suspension filtrée, la pression appliquée et du seuil de coupure de la membrane.

**Effet de seuil de coupure** Lors de la filtration de la lie de vin à 1,5 bar (cf. figure 2.10), le taux de réduction du flux après 10 *min* de filtration est plus important pour les membranes présentant la plus grande taille des pores :  $RI$  est de 80 % pour une membrane 0,2  $\mu m$  contre 55 % pour une membrane 1 *kDa*. De plus, nous constatons que, durant la première phase [0, 2 *min*], le flux chute plus rapidement pour les membranes MF : pour une membrane 1,4  $\mu m$ , la vitesse de chute du flux sur [0, 2 *min*] en valeur absolue est de  $5 \cdot 10^3 L/(h^2 \cdot m^2)$  contre  $150 L/(h^2 \cdot m^2)$  pour une membrane 1 *kDa*. Cette constatation pourrait être liée à la présence dans la lie de vin de particules de tailles similaires aux tailles des pores des membranes MF venant boucher le passage du perméat à travers les pores [57, 58].

L'effet de la taille des pores de la membrane sur la variation du flux de perméat est moins significatif dans le cas de la filtration du digestat liquide. En effet, d'après la figure 2.11, nous observons des taux de réduction du flux sensiblement équivalents pour tous les seuils des coupure avec une tendance à augmenter légèrement de 46 à 58 % lorsque la taille des pores de la membrane passe de 1 *kDa* à 1,4  $\mu m$ . De même, la valeur absolue de la vitesse de la chute du flux augmente sensiblement pour les membranes les plus large :  $180 L/(h^2 \cdot m^2)$  pour une membrane 1 *kDa* contre  $300 L/(h^2 \cdot m^2)$  pour une membrane 1,4  $\mu m$ .

**Effet de la pression appliquée** Dans la gamme de pressions considérées (1,5 - 3 *bar*), l'effet de la pression n'a été observé que dans le cas de la filtration de digestat liquide sur la membrane la plus sélective (1 *kDa*). Sous ces conditions (cf. figure 2.12), une augmentation de la pression entraîne d'une part une augmentation du taux total de réduction du flux de perméat (47 % pour une pression de 1,5 *bar* contre 60 % pour une pression de 3 *bar*) et, d'autre part, une chute brutale du flux au cours de la première phase [0, 1 *min*] : une vitesse de  $674 L/(m^2 \cdot h^2)$  est enregistrée pour une pression de 3 *bar* contre une vitesse de  $235 L/(m^2 \cdot h^2)$  pour une pression de 1,5 *bar*).

Des constatations similaires ont été observées par Carretier *et coll.* (2014) [56], Lopez *et coll.* (2011) [59] et Waeger *et coll.* (2010) [57]. Ces derniers travaux [56, 57, 59] attribuent ce phénomène au problème de compressibilité du gâteau qui s'accroît sous l'augmentation de la pression pour des faibles seuils de coupure. Carretier *et coll.* (2014) [56] concluent qu'il est nécessaire de filtrer de telles suspensions sous de faibles pressions (< 1,5 *bar*).

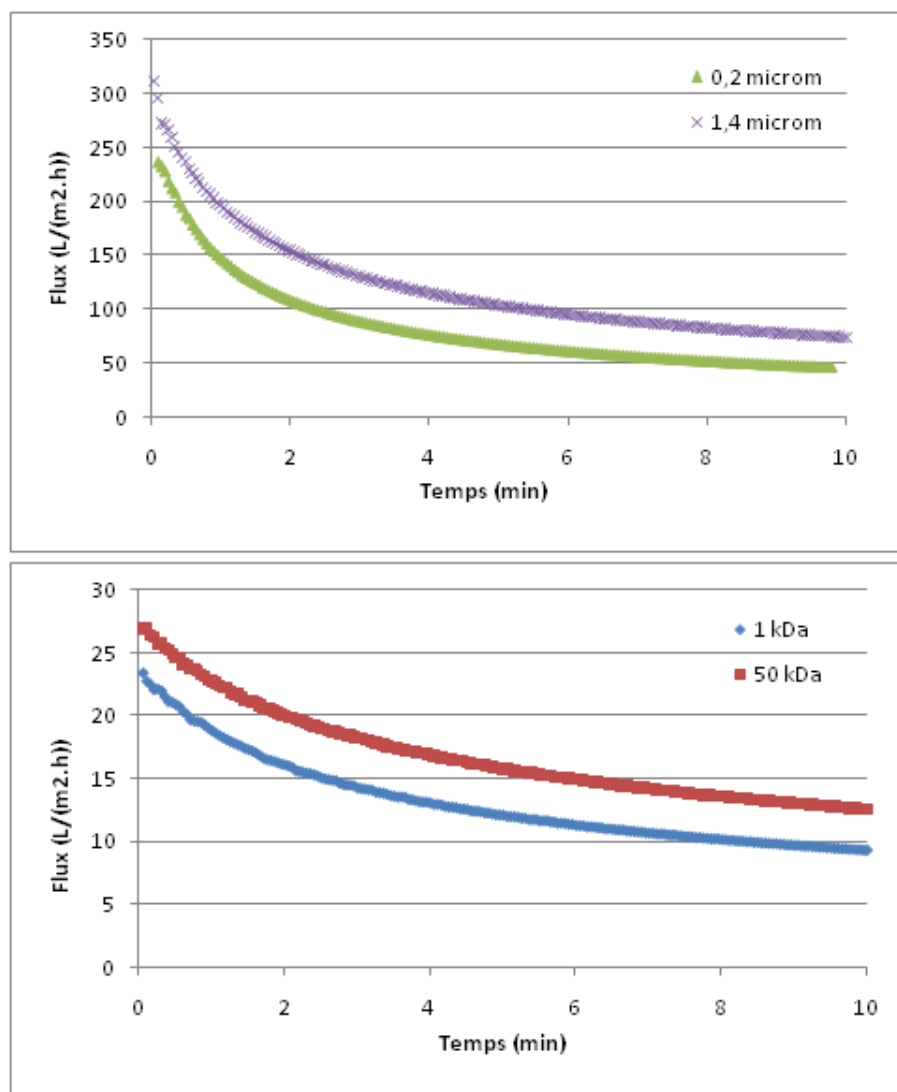


FIGURE 2.10 – Variation du flux de perméat de la lie de vin à 1,5 bar pour les membranes 1,4  $\mu\text{m}$ , 0,2  $\mu\text{m}$ , 50 kDa et 1 kDa

### 2.4.3 Identification de la nature du colmatage par la méthode de lavage

Le protocole de lavage détaillé dans la figure 2.3 permet d'identifier deux types de colmatage : (i) un colmatage réversible qui s'élimine par simple lavage à l'eau, (ii) un colmatage irréversible qui nécessite un lavage chimique de la membrane. Les valeurs des différentes résistances mesurées en fonction de la taille des pores et la pression trans-membranaire appliquée sont représentées dans les figures 2.13 et 2.14 pour le cas de filtration de la lie de vin et dans les figures 2.15 et 2.16 pour le cas de filtration de digestat liquide. Les détails du calcul d'incertitude sur les résultats des résistances sont donnés dans l'annexe C.

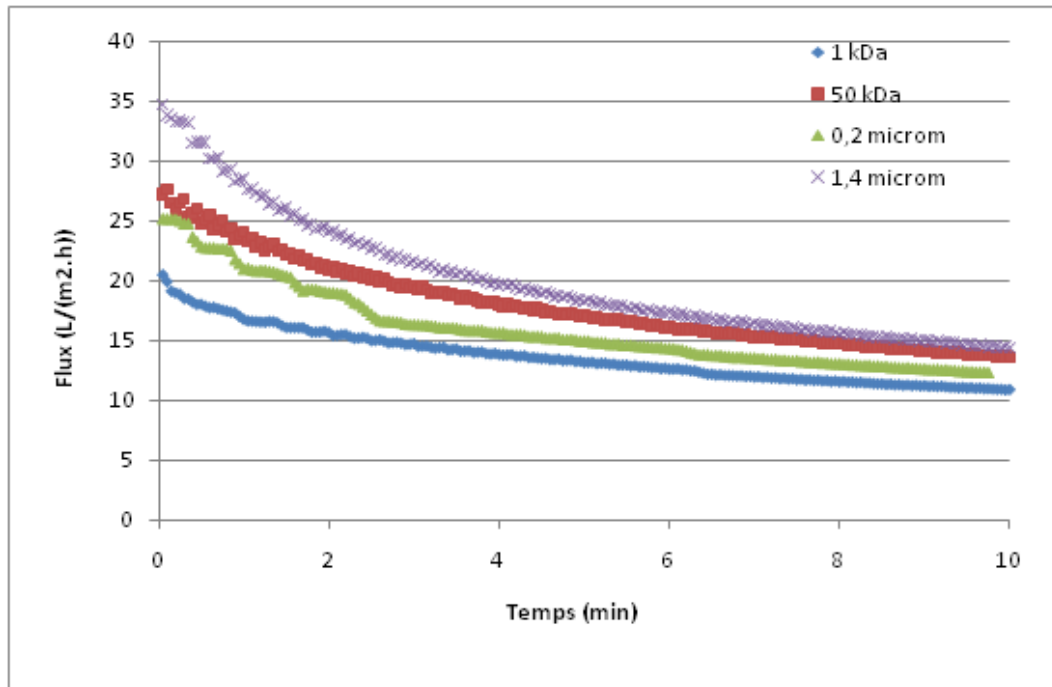


FIGURE 2.11 – Variation du flux de perméat de digestat liquide à 1,5 bar pour les membranes 1,4  $\mu\text{m}$ , 0,2  $\mu\text{m}$ , 50 kDa et 1 kDa

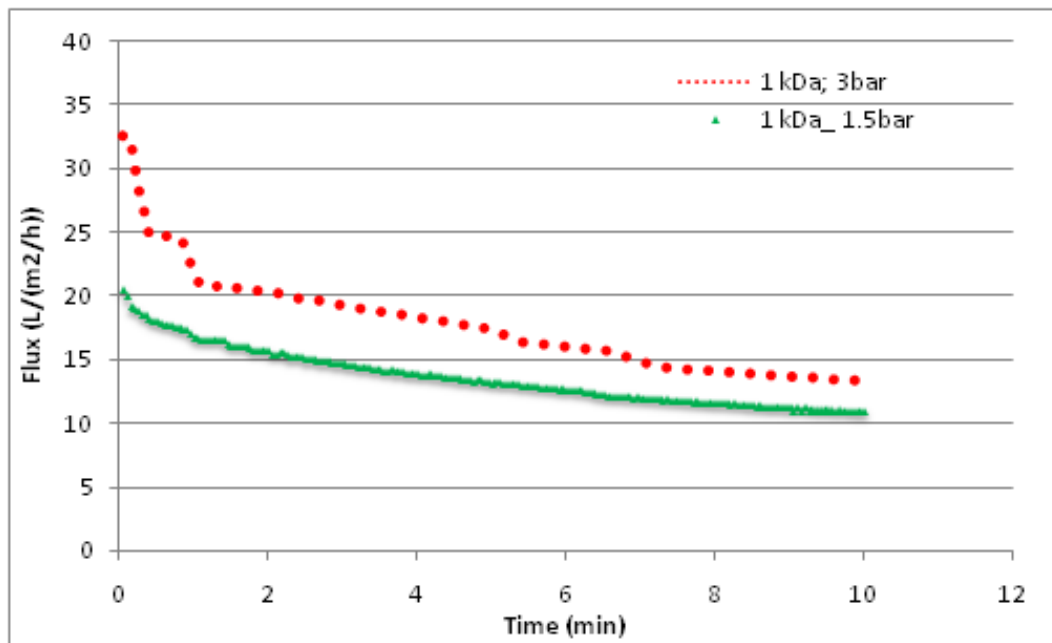


FIGURE 2.12 – Variation du flux de perméat de digestat liquide pour une membrane 1 kDa à 1,5 bar et 3 bar



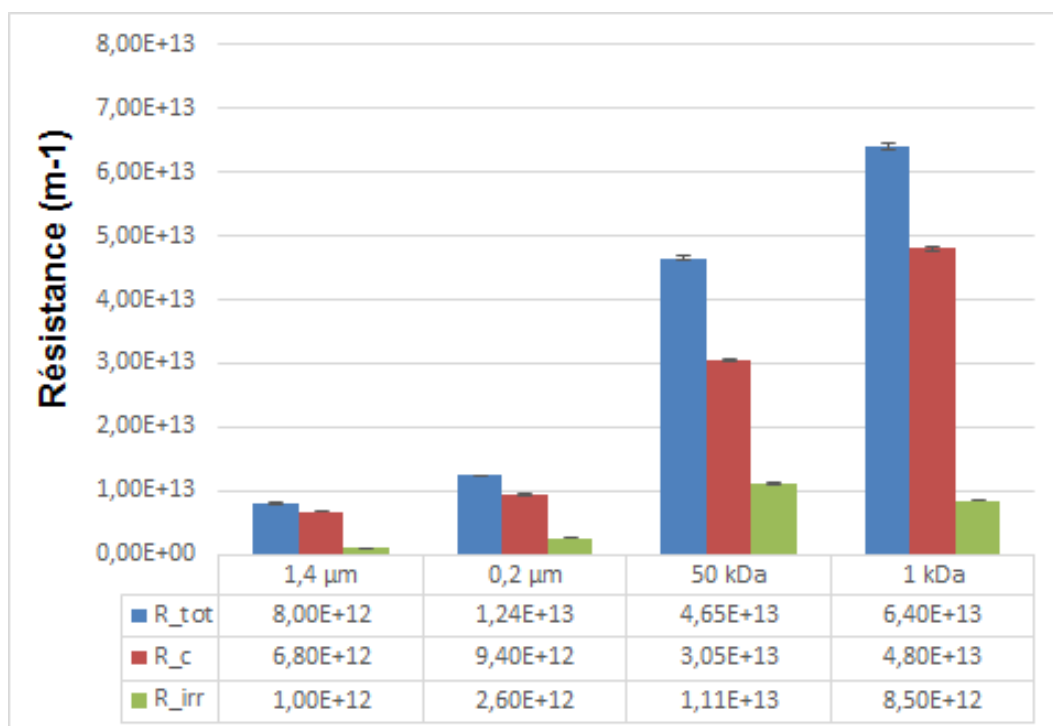


FIGURE 2.13 – Répartition des résistances hydrauliques en fonction du seuil de coupure des membranes dans le cas de filtration de la lie de vin à 1,5 bar

Il peut être observé que le colmatage réversible par simple lavage à l'eau est dominant par rapport au colmatage irréversible, pour toutes les conditions opératoires et les deux effluents filtrés : sa contribution dans la résistance du colmatage totale ( $R_F = R_c + R_{irr}$ ) varie entre 73 % et 96 % pour la lie de vin et entre 86 % à 99% pour le digestat liquide. Ce colmatage réversible résulterait majoritairement de l'accumulation de la matière à la surface de la membrane (formation du gâteau). La contribution des phénomènes irréversibles dans la résistance totale du colmatage est variable selon le type de l'effluent, le seuil de coupure de la membrane et la pression appliquée.

Dans le cas de la lie de vin, l'intensité du colmatage global ( $R_F$ ) la plus faible correspond à la membrane à plus grand seuil de coupure et la pression de travail la plus faible :  $7,8 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$  pour  $1,4 \mu\text{m}$  contre  $56 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$  pour  $1 \text{ kDa}$ , sous la même pression 1,5 bar, tandis que, sous 3 bar,  $R_F = 14,3 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$  pour  $1,4 \mu\text{m}$  contre  $70 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-1}$  pour  $1 \text{ kDa}$ .

Toutefois, pour la membrane de  $1,4 \mu\text{m}$ , la résistance due au colmatage réversible est supérieure à la résistance propre de la membrane, soit une résistance hydraulique multipliée par un facteur de 72 par rapport à  $R_m$  (cf. tableau 2.1, pour une pression de 3 bar. Par contre, sous la même pression, la résistance réversible de la membrane la plus sélective ( $1 \text{ kDa}$ ) n'est multipliée que par un facteur de 6,4 au regard de  $R_m$ . Lors de l'ultrafiltration de la lie de vin, le colmatage irréversible apparaît plus im-

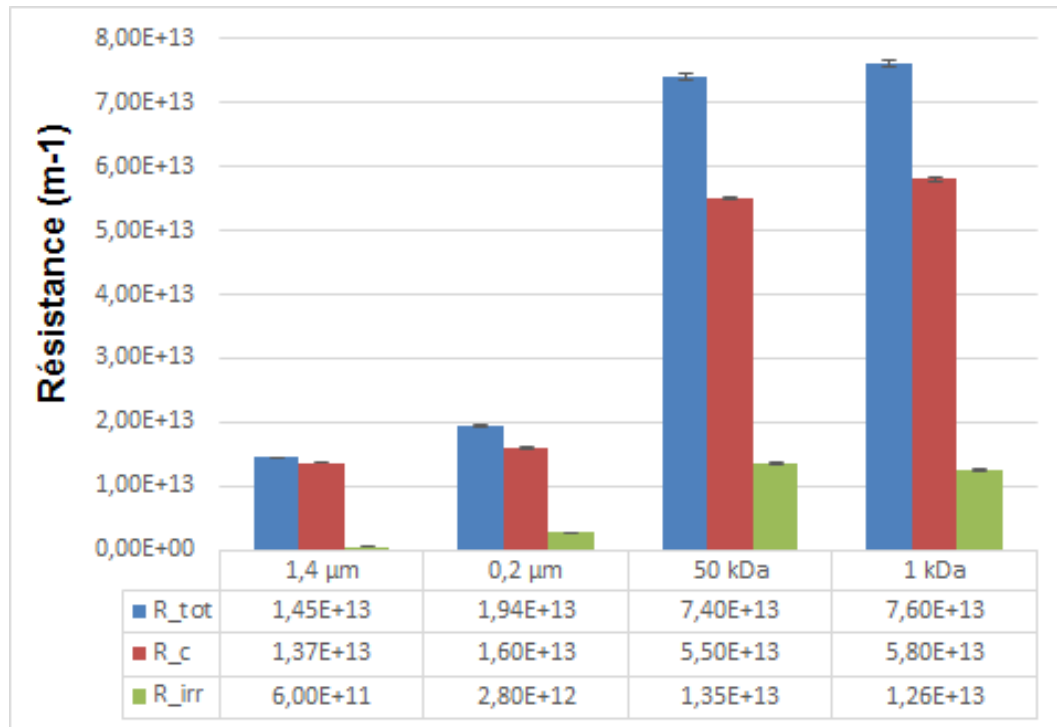


FIGURE 2.14 – Répartition des résistances hydrauliques en fonction du seuil de coupure des membranes dans le cas de filtration de la lie de vin à 3 bar

portant pour les membranes 50 kDa et 1 kDa. Ce phénomène pourrait être dû à l'existence d'une famille de particule de tailles moyennes inférieures à 50 kDa qui provoquaient une constriction des pores des membranes UF.

Dans le cas du digestat liquide, le colmatage est essentiellement réversible pour les différents seuils de coupure.

La proportion du colmatage irréversible par rapport au colmatage total est très faible et n'atteint qu'une valeur aux alentours de 10 % pour la membrane UF 1 kDa. Cette observation pourrait être due aux grosses particules du digestat liquide qui forment un gâteau dense à la surface de la membrane qui minimise les phénomènes de colmatage interne en jouant le rôle d'une barrière protectrice avant la membrane elle-même.

Pour un même seuil de coupure, une augmentation de la pression engendre une augmentation de la résistance additionnelle  $R_F$  sans agir pour autant sur le colmatage irréversible.

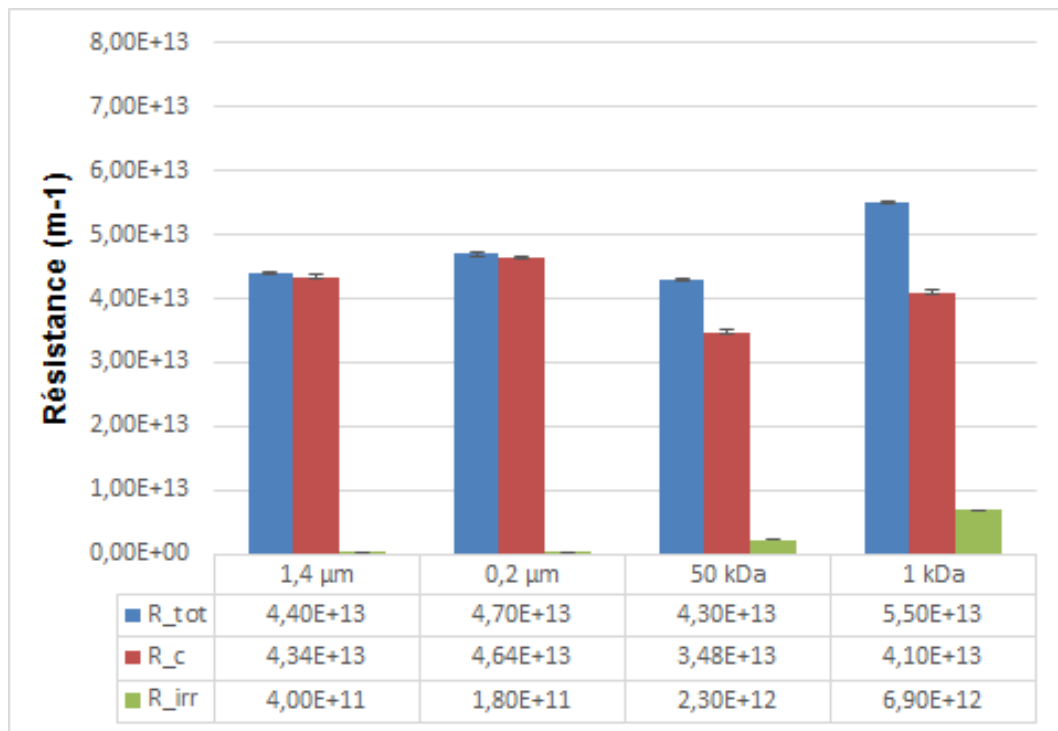


FIGURE 2.15 – Répartition des résistances hydrauliques en fonction du seuil de coupure des membranes dans le cas de filtration du digestat liquide à 1,5 bar

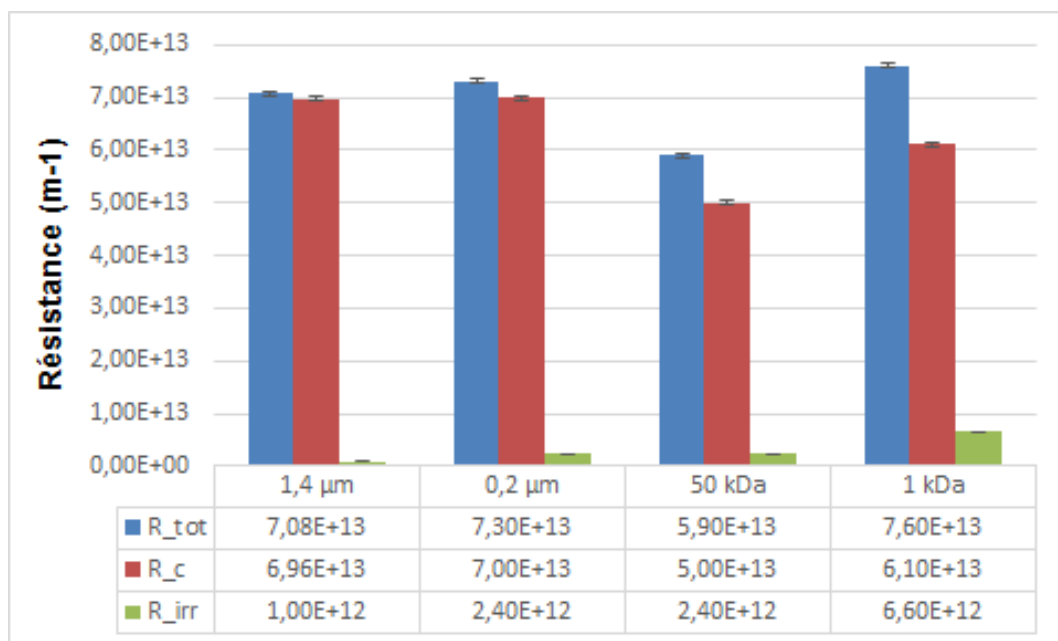


FIGURE 2.16 – Répartition des résistances hydrauliques en fonction du seuil de coupure des membranes dans le cas de filtration du digestat liquide à 3 bar

## 2.5 Détermination du mécanisme de colmatage dominant par les modèles d’Hermitia

Afin de mieux comprendre les phénomènes de colmatage et leurs mécanismes prédominants lors de la filtration de la lie de vin et le digestat liquide, on considère les expressions du flux relatives aux quatre modèles de colmatage proposés par Hermitia (1982) (cf. les équations 1.5-1.7, chapitre 1).

Ces modèles décrivent séparément quatre différents mécanismes de colmatage : un mécanisme de colmatage interne de la membrane par la constriction des pores et trois mécanismes de colmatage de surface par formation de gâteau, blocage complet des pores et blocage intermédiaire des pores.

La démarche d’identification du mécanisme de colmatage dominant est la suivante : l’évolution du flux de perméat en fonction du temps est considéré, la valeur du flux initial  $J_0$  est fixée à la première valeur du flux et la constante  $K$  (cf. les équations 1.5-1.7) correspondante à chaque mécanisme est optimisée. L’optimisation de  $K$  a été réalisée moyennant la méthode des moindres carrés programmée sous Matlab. La procédure utilisée consiste à fournir une valeur initiale à  $K$ . Ensuite, le solveur d’optimisation, `fminsearch`, détermine la valeur de  $K$  qui minimise la somme des différences au carré entre chaque observation et la valeur prédite par le modèle,  $SSR$ , telle que :

$$\min_K SSR = \min_K \sum_{i=1}^l (\hat{y}_i - y_i)^2 \quad (2.8)$$

avec :

$\hat{y}_i$  : Les valeurs prédites par le modèle de Hermitia ;

$y_i$  : Les valeurs de données expérimentales ;

$l$  : Le nombre de mesures.

On considère que le mécanisme du colmatage prédominant responsable de la chute de flux observée lors de la filtration correspond à celui qui présente la valeur minimale de  $SSR$ .

Les tableaux 2.4 et 2.5 montrent les valeurs de  $SSR$  obtenues respectivement pour la filtration de lie de vin et le digestat liquide sous différentes conditions opératoires. Le mécanisme qui correspond au meilleur ajustement pour chaque cas est présenté en caractères gras dans les deux tableaux.

Pour toutes les conditions opératoires, les résultats suggèrent une prédominance du colmatage par formation de gâteau, à l’exception du cas de filtration du digestat liquide sur une membrane 1 *kDa* et sous une pression de 3 *bar*, où le mécanisme intermédiaire semble donner les meilleures prédictions.

Il pourrait donc clairement être conclu que le colmatage interne par constriction des pores peut être négligé pour les cas traités.

Tableau 2.4 – Détermination du mode de colmatage par les modèles d’Herminia dans le cas de la lie de vin

Seuil de coupure	Pression (bar)	Modèle	SSR
1,4 $\mu m$	1,5	<b>Formation de gâteau</b>	$6 \cdot 10^{-11}$
		Blocage complet	$1,5 \cdot 10^{-8}$
		Blocage intermédiaire	$2,2 \cdot 10^{-9}$
		Constriction des pores	$6,6 \cdot 10^{-9}$
	3	<b>Formation de gâteau</b>	$6,5 \cdot 10^{-33}$
		Blocage complet	$3,3 \cdot 10^{-7}$
		Blocage intermédiaire	$4,6 \cdot 10^{-9}$
		Constriction des pores	$1,2 \cdot 10^{-8}$
0,2 $\mu m$	1,5	<b>Formation de gâteau</b>	$8,2 \cdot 10^{-10}$
		Blocage complet	$1,3 \cdot 10^{-7}$
		Blocage intermédiaire	$5 \cdot 10^{-10}$
		Constriction des pores	$2,3 \cdot 10^{-9}$
	3	<b>Formation de gâteau</b>	$8,8 \cdot 10^{-34}$
		Blocage complet	$2,2 \cdot 10^{-7}$
		Blocage intermédiaire	$3 \cdot 10^{-9}$
		Constriction des pores	$8 \cdot 10^{-9}$
50 $kDa$	1,5	<b>Formation de gâteau</b>	$5 \cdot 10^{-13}$
		Blocage complet	$1,6 \cdot 10^{-10}$
		Blocage intermédiaire	$8,6 \cdot 10^{-12}$
		Constriction des pores	$1,8 \cdot 10^{-11}$
	3	<b>Formation de gâteau</b>	$5,3 \cdot 10^{-38}$
		Blocage complet	$4,4 \cdot 10^{-10}$
		Blocage intermédiaire	$10^{-11}$
		Constriction des pores	$3 \cdot 10^{-11}$
1 $kDa$	1,5	<b>Formation de gâteau</b>	$51,3 \cdot 10^{-13}$
		Blocage complet	$2,8 \cdot 10^{-10}$
		Blocage intermédiaire	$7,8 \cdot 10^{-12}$
		Constriction des pores	$1,9 \cdot 10^{-11}$
	3	<b>Formation de gâteau</b>	$8 \cdot 10^{-37}$
		Blocage complet	$2,5 \cdot 10^{-10}$
		Blocage intermédiaire	$3,4 \cdot 10^{-12}$
		Constriction des pores	$9,6 \cdot 10^{-12}$

Tableau 2.5 – Détermination du mode de colmatage par les modèles d’Hermitia dans le cas du digestat liquide

Seuil de coupure	Pression (bar)	Modèle	SSR
1,4 $\mu m$	1,5	<b>Formation de gâteau</b>	$1,2 \cdot 10^{-12}$
		Blocage complet	$5,4 \cdot 10^{-10}$
		Blocage intermédiaire	$1,9 \cdot 10^{-11}$
		Constriction des pores	$4,2 \cdot 10^{-11}$
	3	<b>Formation de gâteau</b>	$3,6 \cdot 10^{-12}$
		Blocage complet	$7 \cdot 10^{-10}$
		Blocage intermédiaire	$3,6 \cdot 10^{-11}$
		Constriction des pores	$6,6 \cdot 10^{-11}$
0,2 $\mu m$	1,5	<b>Formation de gâteau</b>	$3,3 \cdot 10^{-12}$
		Blocage complet	$1,4 \cdot 10^{-10}$
		Blocage intermédiaire	$1,3 \cdot 10^{-11}$
		Constriction des pores	$2,2 \cdot 10^{-11}$
	3	<b>Formation de gâteau</b>	$3,5 \cdot 10^{-12}$
		Blocage complet	$2,5 \cdot 10^{-10}$
		Blocage intermédiaire	$2,5 \cdot 10^{-12}$
		Constriction des pores	$1,1 \cdot 10^{-11}$
50 $kDa$	1,5	<b>Formation de gâteau</b>	$7,4 \cdot 10^{-13}$
		Blocage complet	$8,6 \cdot 10^{-11}$
		Blocage intermédiaire	$6,6 \cdot 10^{-12}$
		Constriction des pores	$1,3 \cdot 10^{-11}$
	3	<b>Formation de gâteau</b>	$7,3 \cdot 10^{-12}$
		Blocage complet	$5,8 \cdot 10^{-11}$
		Blocage intermédiaire	$3 \cdot 10^{-12}$
		Constriction des pores	$5,9 \cdot 10^{-12}$
1 $kDa$	1,5	<b>Formation de gâteau</b>	$4,3 \cdot 10^{-12}$
		Blocage complet	$4,5 \cdot 10^{-11}$
		Blocage intermédiaire	$10^{-11}$
		Constriction des pores	$1,6 \cdot 10^{-11}$
	3	Formation de gâteau	$3,4 \cdot 10^{-11}$
		Blocage complet	$7 \cdot 10^{-10}$
		<b>Blocage intermédiaire</b>	$8 \cdot 10^{-11}$
		Constriction des pores	$1,2 \cdot 10^{-10}$

## 2.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié la filtration de deux suspensions différentes : la lie de vin et le digestat liquide. Ces deux suspensions diffèrent notamment en termes de taille des particules, DCO, MS et pH.

Les essais de filtration MF et UF de ces deux effluents ont montré que le flux décroît exponentiellement jusqu'à atteindre un état quasi-stationnaire. Le taux et la vitesse de la chute dépendent de l'effluent filtré, la pression appliquée et la taille des pores de la membrane.

Nous nous sommes intéressés à l'identification de mécanisme du colmatage prédominant lors de la filtration de la lie de vin et d'un digestat liquide sous différentes conditions opératoires (différents seuils de coupure de MF et UF et différentes pressions). Pour ce faire, nous avons employé dans un premier temps la méthode des lavages des membranes.

Les résultats de cette méthode montrent que le colmatage dans les systèmes de MF et d'UF est principalement lié à l'accumulation de la matière à la surface de la membrane et que le colmatage irréversible peut être considéré comme négligeable sur les périodes de temps d'expérimentation que nous avons considérées.

Puis, dans un second temps, une approche d'optimisation numérique utilisant les modèles de colmatage proposés par Hermia a été employée. Les résultats de cette approche révèlent que les données de flux obtenues sous différentes conditions opératoires suivent dans la plupart des cas le modèle de colmatage par gâteau.

Dès lors, il peut être conclu que, à court terme, le colmatage dans les système de microfiltration et d'ultrafiltration est un colmatage de surface due le plus souvent à la formation de gâteau.

# Chapitre 3

## Modélisation du colmatage et étude de la généricité d'un modèle

### 3.1 Introduction

Rappelons tout d'abord que l'objectif principal de ce travail de thèse est de déterminer une stratégie optimale de contrôle du colmatage d'une membrane de filtration. Pour cela, nous avons besoin d'un modèle mathématique simple et générique capable de prédire la dynamique du colmatage d'une membrane de filtration dans un système de filtration membranaire.

On entend par "générique" un modèle qui peut reproduire le plus fidèlement possible un très grand nombre de situations différentes dans le domaine de la filtration membranaire.

La plupart des modèles de colmatage sont compliqués : soit ils comportent beaucoup de paramètres, soit ils font beaucoup d'hypothèses, ce qui limite leur intérêt.

Toutefois, certains auteurs proposent des modèles simples. Par exemple, Benyahia *et coll.* [60, 61] ont développé un modèle de colmatage suffisamment simple d'un point de vue mathématique pour être utilisé à des fins de contrôle et d'optimisation des systèmes de filtration.

Dans ce chapitre, nous présentons le modèle de Benyahia *et coll.* [60, 61] et justifions le choix de ce modèle pour la suite de notre travail de thèse.

Pour ce faire, nous allons vérifier que le modèle de Benyahia *et coll.* est capable de reproduire, moyennant l'ajustement de ses paramètres :

- d'une part, les données de variation du flux de perméat à PTM constante obtenues en utilisant le pilote de filtration MF/UF décrit dans le chapitre 2 ;
- et d'autre part, les dynamiques de variation de la PTM pour un fonctionnement à flux de perméat constant générées par des modèles issus de la littérature et qui ont été déjà validés sur des données expérimentales.



## 3.2 Modélisation du colmatage : le modèle de Benyahia *et coll.*

Le modèle de filtration proposé par Benyahia *et coll.* (2014) [60, 61] considère deux mécanismes de colmatage : la formation du gâteau par attachement des particules à la surface de la membrane et le blocage des pores en particulier par les Produits Microbiens Solubles (PMS). Ce modèle est donné par les équations suivantes :

— Le modèle de la phase de filtration :

$$\dot{m} = \delta Q_{perm}(C_S S_T + C_X X_T + C_{PMS} PMS) - k_m m \quad (3.1)$$

$$\dot{S}_p = \delta' Q_{perm}(\beta PMS + \frac{\beta}{15}(S_1 + S_2)) \quad (3.2)$$

$$R_{tot} = R_m + \alpha \frac{m}{A} + \alpha' \frac{V_{pr} S_p}{\epsilon A} \quad (3.3)$$

$$PTM = \frac{Q_{perm}}{A} \mu R_{tot} \quad (3.4)$$

$$A = \frac{A_0}{1 + \frac{m}{\sigma} + \frac{S_p}{\sigma'}} \quad (3.5)$$

— Le modèle de la phase de Relaxation/Rétrolavage :

$$\dot{m} = -\omega m \quad (3.6)$$

$$\dot{S}_p = -\omega' S_p \quad (3.7)$$

avec :

$C_S$  : Fraction de  $S_T = S_1 + S_2$  attachée à la membrane [sans dimension]

$C_X$  : Fraction de  $X_T = X_1 + X_2$  attachée à la membrane [sans dimension]

$C_{PMS}$  : Fraction de  $PMS$  attachée à la membrane [sans dimension]

$X_T$  : Concentration des particules [ $kg.m^{-3}$ ]

$S_T$  : Concentration de la matière soluble [ $kg.m^{-3}$ ]

$PMS$  : Concentration des Produits Microbiens Solubles (PMS) [ $kg.m^{-3}$ ]

$\beta$  : Fraction attachée dans les pores [sans dimension]

$k_m$  : Intensité de cisaillement [ $s^{-1}$ ]

$V_{pr}$  : Volume total des pores [ $m^3$ ]

$\alpha$  : Résistance spécifique du gâteau [ $m.kg^{-1}$ ]

$\alpha'$  : Résistance spécifique du blocage des pores [ $m.kg^{-1}$ ]

$\delta$  : Coefficient de pondération [sans dimension]

$\delta'$  : Coefficient de pondération [sans dimension]

$\omega$  : Efficacité de rétrolavage/relaxation dans l'élimination de gâteau formé à la surface de la membrane [ $s^{-1}$ ]

$\omega'$  : Efficacité de rétrolavage/relaxation dans l'élimination du colmatage des pores [ $s^{-1}$ ]

$\mu$  : Viscosité du perméat [ $Pa.s$ ]

$\sigma$  : Paramètre pour normaliser les unités [ $kg^{-1}$ ]

$\sigma'$  : Paramètre pour normaliser les unités [ $m^3.kg^{-1}$ ]

$\epsilon$  : Surface poreuse [ $m^2$ ]

$Q_{perm}$  : Flux de perméat [ $m^3.s^{-1}$ ]

Contrairement à de nombreux modèles de la littérature, les auteurs supposent que la surface de la membrane filtrante totale  $A$  [ $m^{-2}$ ] n'est pas constante. La surface de la membrane est modélisée par une fonction décroissante de la masse de matière attachée à la surface de la membrane  $m(t)$  et de la masse de la matière déposée dans les pores  $S_p(t)$  (notamment les *PMS*), cf. équation 3.5.

Pendant la filtration, la dynamique de dépôt à la surface de la membrane  $\dot{m}(t)$  est une fonction du flux de perméat  $Q_{perm}$  [ $m^3.s^{-1}$ ], de la masse particulaire  $X_T$  [ $kg.m^{-3}$ ] et de la masse de la matière soluble ( $S_T$  et *PMS*) [ $kg.m^{-3}$ ], cf. équation 3.1.

Par ailleurs, l'équation 3.2 modélise le colmatage des pores de la membrane par une fraction des *PMS* ( $\beta$  *PMS*) et des particules solubles qui ne sont pas retenues à la surface de la membrane.

Toutefois, si une aération est appliquée au cours de la filtration pour limiter le colmatage de la membrane, une partie de gâteau formé à la surface de la membrane est détachée sous l'effet des forces de cisaillements créées par les bulles d'air, comme le modélise le deuxième terme de l'équation 3.1.

La résistance de la membrane due au colmatage est exprimée selon le modèle de la résistance en série par l'équation 3.3. Elle correspond à la somme de la résistance propre de la membrane  $R_m$  [ $m^{-1}$ ], la résistance de dépôt formé à la surface (deuxième terme de l'équation 3.3) et la résistance des pores bouchés (troisième terme de l'équation 3.3). La variation de la *PTM* [ $Pa$ ] est exprimée selon la loi de Darcy par l'équation 3.4.

Ce modèle peut être facilement adapté pour décrire un système de filtration membranaire fonctionnant à *PTM* constante. En effet, connaissant la valeur de la pression transmembranaire appliquée, on peut déterminer, à partir de la loi de Darcy, la décroissance du flux de perméat due à l'augmentation de la résistance totale de la membrane.

Le décolmatage interne et externe de la membrane par des cycles de lavage physique (soit relaxation, soit rétrolavage) est exprimé, respectivement, par les deux équations 3.6 et 3.7.

### 3.3 Méthodologie de validation de la généralité du modèle

La validation de la généralité du modèle consiste à tester l'adéquation entre ses prédictions et différents jeux de données en ajustant ses paramètres. En d'autres termes, il s'agit d'examiner la capacité du modèle considéré à reproduire des situations différentes rencontrées sur des systèmes de filtration membranaire.

Pour ce faire, nous allons employer deux approches différentes :

- \* une approche basée sur l'utilisation de données expérimentales obtenues à partir d'un procédé de filtration réel. Cette approche est appelée dans la suite "validation expérimentale" ;
- \* une approche, appelée "validation numérique", qui utilise des modèles de filtration issus de la littérature en tant que procédés virtuels pour générer des données sur lesquelles le modèle sera calé.

En procédant de cette manière, le but est de valider le modèle considéré sur différents jeux de données obtenus pour différents systèmes de filtration fonctionnant dans différentes conditions opératoires. Les étapes de la procédure de validation de la généralité du modèle de Benyahia *et coll.* par les deux approches sont schématisées dans la figure 3.1.

La première étape dans l'approche "validation numérique" était de sélectionner des modèles de la littérature considérés comme des procédés virtuels sur lesquels on va tester le modèle (3.1)-(3.7). La recherche bibliographique que nous avons réalisée a permis de sélectionner deux modèles décrivant la dynamique de colmatage à flux constant : il s'agit des modèles de Di Bella *et coll.* [62] d'une part, et de Pimentel *et coll.* [63] d'autre part. Ces deux modèles ont été validés sur des données expérimentales à de nombreuses reprises et ils apparaissent particulièrement performants pour simuler la filtration membranaire dans le domaine de l'épuration biologique des eaux usées. Les équations décrivant le modèle de Pimentel *et coll.* et celui de Di Bella *et coll.* sont présentées, respectivement, dans les annexes D et E.

En les simulant sous MATLAB, ces deux modèles prédisent le comportement de deux systèmes de filtration membranaire fonctionnant à flux constant. Ainsi, les sorties de simulation constituent des données de validation.

En ce qui concerne l'approche "validation expérimentale", nous avons utilisé les résultats de variation du flux des essais expérimentaux décrits dans la section 2.3.4 du chapitre 2. On rappelle que ces résultats sont obtenus en filtrant, en mode frontal, deux effluents différents (la lie de vin et le digestat liquide) sur des membranes de MF et UF ( $1.4 \mu m$ ,  $0.2 \mu m$ ,  $50 kDa$  et  $1 kDa$ ) et à pressions trans-membranaires constantes ( $1,5 bar$  et  $3 bar$ ).

L'étape suivante est d'estimer, à partir de chaque jeu de données, les paramètres du modèle de Benyahia *et coll.* afin d'approcher au mieux les sorties du système considéré (*c.-à-d.* les sorties simulées et les données expérimentales). Les valeurs des

paramètres ont été identifiées pour chaque cas à l'aide d'un algorithme d'optimisation programmé sous MATLAB. Ce programme fait appel à la fonction d'optimisation non-linéaire sous contraintes "fmincon". Cette fonction détermine, à partir d'une condition initiale  $x_0$ , les valeurs des paramètres minimisant une fonction objectif sous contraintes.

Nous ne rentrons pas davantage ici dans la théorie de l'identification des systèmes. Toutefois, deux points ont été vérifiés au préalable : quelques essais avec différents jeux de conditions initiales des paramètres ont montré que l'algorithme convergeait toujours vers le même jeu de paramètres optimaux. Il semble donc que le système soit identifiable.

Par ailleurs, nous ne présentons pas les intervalles de confiance des paramètres : utilisant un jeu de données conséquent et très dynamique, ces intervalles sont petits et nous nous concentrons, dans la suite, sur l'analyse des valeurs des paramètres optimaux.

La fonction objectif du problème d'identification correspond à la somme des moindres carrés non pondéré des déviations des prédictions du modèle de Benyahia *et coll.* aux données de validation considérées, comme le montre l'équation 3.8.

$$C(\theta) = \sum_{i=1}^l (\hat{y}_i - y_i)^T (\hat{y}_i - y_i) \quad (3.8)$$

avec :

$\theta$  : Les paramètres du modèle de Benyahia *et coll.* à identifier ;

$l$  : Le nombre de mesures ;

$\hat{y}_i$  : Les valeurs prédites par le modèle de Benyahia *et coll.* ;

$y_i$  : Les valeurs des données de validation.

Des contraintes sont utilisées dans notre problème d'identification, d'une part, pour garantir la positivité des paramètres à identifier et, d'autre part, pour définir en fonction de leur signification physique les bornes supérieures et inférieures des solutions admissibles.

Étant donné les résultats du chapitre 2, on va négliger le colmatage irréversible par blocage des pores dans le modèle de Benyahia *et coll.* et on va se limiter à la validation du modèle du colmatage par formation du gâteau à la surface de la membrane.

L'efficacité du modèle à reproduire les données de validation a été évaluée par le calcul de coefficient de détermination  $R^2$ . Ce coefficient détermine l'écart entre les prédictions du modèle de Benyahia *et coll.* et les données, tel que :

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^l (\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2} \quad (3.9)$$

avec :

$\hat{y}_i$  : Les valeurs prédites par le modèle de Benyahia *et coll.* ;

$y_i$  : Les valeurs de données de validation ;

$\bar{y}$  : La moyenne de valeurs de données de validation ;

$l$  : Le nombre de mesures.

Ce coefficient ( $R^2$ ) varie entre 0 (le modèle ne vaut rien) et 1 (le modèle reproduit parfaitement les données).

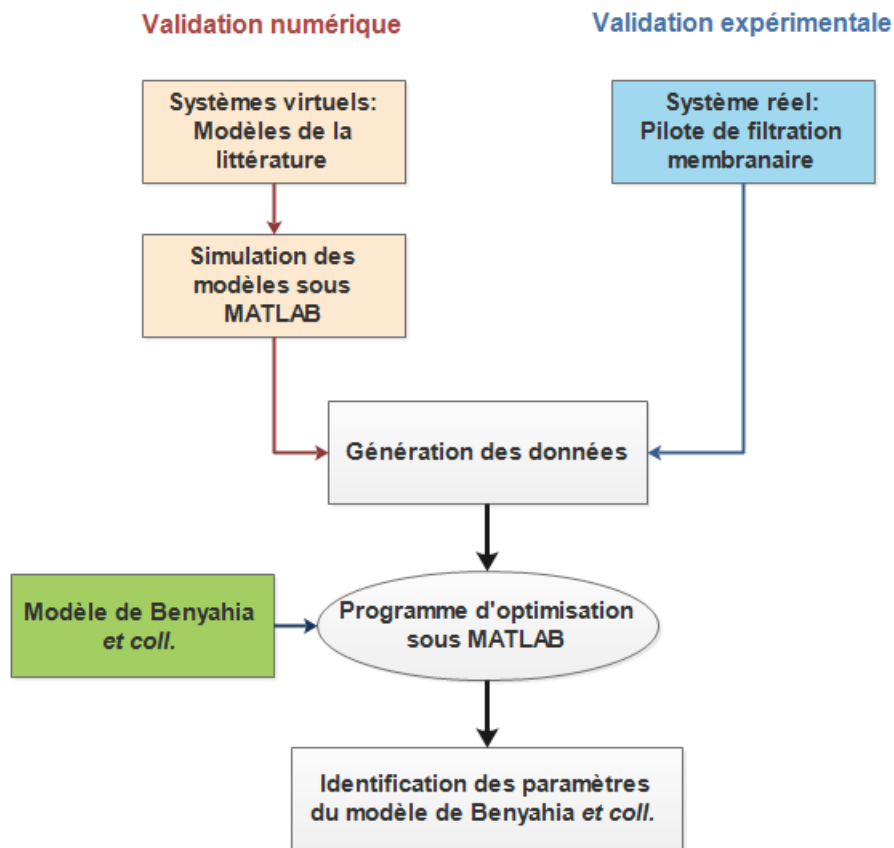


FIGURE 3.1 – Méthode d'optimisation de paramètres du modèle

## 3.4 Résultats des simulations

### 3.4.1 Validation numérique de la généricité du modèle

Identification du modèle de Benyahia *et coll.* en utilisant les données de Pimentel *et coll.*

La simulation du modèle de Pimentel *et coll.* génère deux sorties : la variation de la masse de dépôt accumulé à la surface de la membrane et la variation de la PTM.

Le programme d'optimisation développé sous MATLAB cherche à déterminer les valeurs des paramètres du modèle de Benyahia *et coll.* qui permettent de reproduire les deux dynamiques du procédé virtuel représenté par le modèle de Pimentel *et coll.*

Seuls les paramètres propres au modèle de Benyahia *et coll.* ont été optimisés. Les paramètres en commun entre les deux modèles sont fixés aux valeurs tirées de [63]. Comme indiqué précédemment, la qualité de l'ajustement a été évaluée en mesurant le coefficient de détermination  $R^2$  selon l'équation 3.9.

Les résultats d'identification représentés sur la figure 3.2 montrent qu'il est possible de trouver un jeu de valeurs des paramètres du modèle de Benyahia *et coll.* qui permette de prédire d'une manière très satisfaisante les sorties du modèle de Pimentel *et coll.*

Le modèle considéré reproduit les données de la *PTM* à 99,8 % ( $R^2 = 0,998$ ) et décrit à 94 % ( $R^2 = 0,94$ ) les données de la masse attachée à la membrane. Les valeurs optimales des paramètres identifiés sont données dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1 – Résultats d'ajustement du modèle de Benyahia *et coll.* aux données du modèle de Pimentel *et coll.*

Paramètres	Valeurs	Unités	Borne inférieure	Borne supérieure
$\delta C_X$	1	sans dimension	0, 1	10
$k_m=\omega$	189,6	$jour^{-1}$	100	300
$\alpha$	$2,35.10^7$	$m.kg^{-1}$	$10^7$	$10^9$

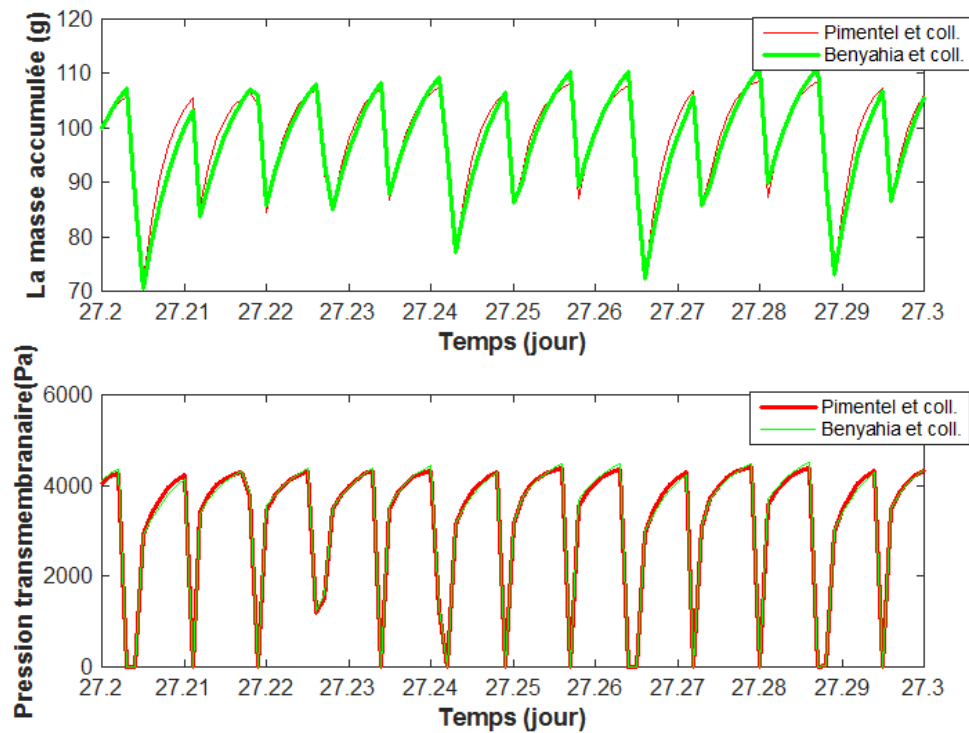


FIGURE 3.2 – Résultats d’ajustement du modèle de Benyahia *et coll.* aux données du modèle de Pimentel *et coll.*

### Identification du modèle de Benyahia *et coll.* en utilisant les données de Di Bella *et coll.*

Une deuxième validation du modèle considéré a été réalisée sur les données d’un procédé virtuel obtenus par la simulation du modèle de Di Bella *et coll.* sur MATLAB. La simulation de ce modèle génère en sortie la variation de la masse accumulée à la surface de la membrane dans un bio-réacteur à membrane immergée.

Le même programme d’optimisation que celui utilisé précédemment est employé afin de déterminer les valeurs optimales des paramètres du modèle de Benyahia *et coll.* permettant de décrire maintenant les données obtenues par la simulation du modèle de Di Bella *et coll.*

Le meilleur ajustement du modèle de Benyahia *et coll.* aux données du modèle de Di Bella *et coll.* est représenté sur la figure 3.3. Les valeurs des paramètres optimisés donnant lieu à cet ajustement sont indiquées dans le tableau 3.2.

Les courbes de simulations obtenues montrent que le modèle de Benyahia *et coll.* reproduit bien la dynamique de la masse accumulée à la surface de la membrane simulée par le modèle de Di Bella *et coll.*. Toutefois, le coefficient de détermination  $R^2$  est de 0,82, le modèle de Benyahia *et coll.* estime une valeur moyenne de "la

Tableau 3.2 – Résultats d'ajustement du modèle de Benyahia *et coll.* aux données du modèle de Di Bella *et coll.*

Paramètres	Valeurs	Unités	Borne inférieur	Borne supérieur
$\delta C_X$	0.3	sans dimension	0, 1	10
$\omega$	3300	$jour^{-1}$	3000	3500
$k_m$	$3, 25.10^3$	$jour^{-1}$	$10^2$	$3, 5.10^3$

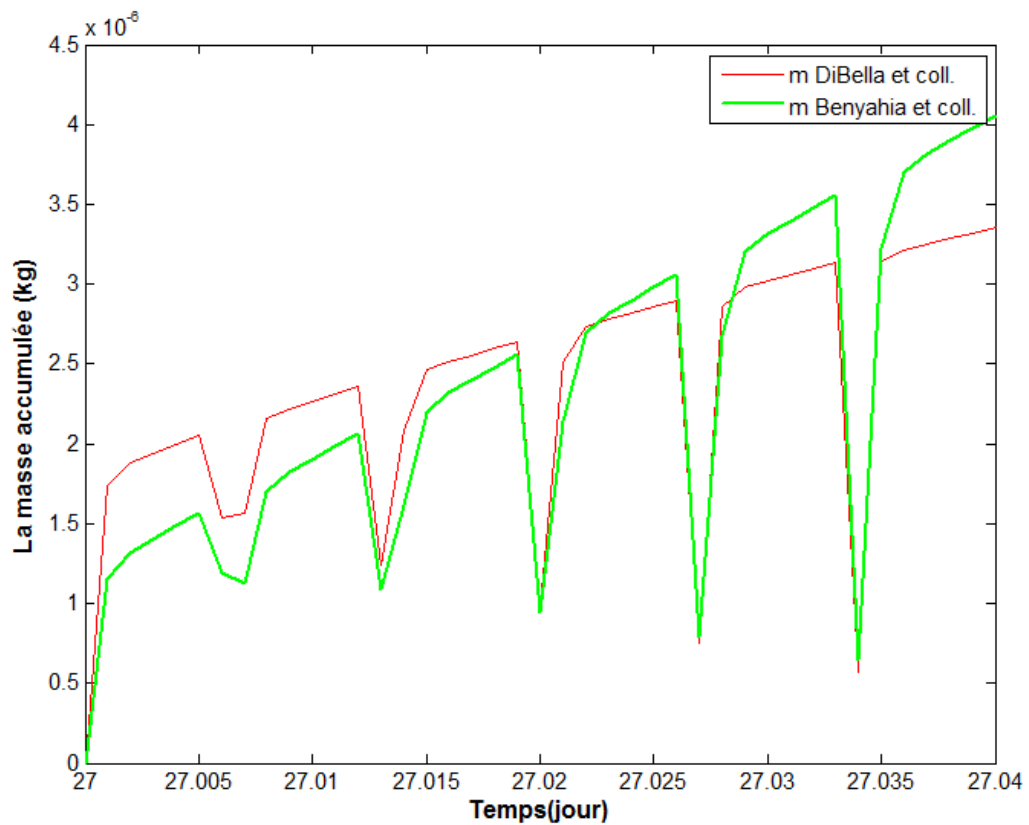


FIGURE 3.3 – Ajustement du modèle de Benyahia *et coll.* aux données du modèle de Di Bella *et coll.*



penne de la masse attachée" légèrement différente de celle simulée avec le modèle de Di Bella *et coll.*

Cette différence est expliquée par le fait que ces derniers supposent dans leur modèle que la force de détachement due à l'aération durant la filtration (le second terme de l'équation E.3) est fonction du carré de la masse du dépôt formé au cours du temps alors que, dans le modèle de Benyahia *et coll.* cette force est directement proportionnelle à la masse du gâteau.

### 3.4.2 Validation expérimentale de la généralité du modèle de Benyahia *et coll.*

Dans cette section, les performances du modèle de Benyahia *et coll.* ont été évaluées sur des données réelles. Comme il a été précisé dans la section 3.3, il s'agit des données de variation du flux de perméat obtenues lors de la MF et l'UF de deux effluents différents à des pressions appliquées différentes. La description détaillée du pilote de filtration, de la conduite des essais, des membranes et des effluents utilisés sont dans la section 2.3.4.

Il est important de préciser que le pilote de filtration frontale employé pour générer les données expérimentales ne permet pas de mettre en place des cycles de lavage physique de la membrane. En effet, l'absence d'un système d'aération et de volume mort en dessus de la membrane font qu'il a été difficile d'effectuer des périodes de relaxation. De même, la conception du pilote n'a pas permis d'effectuer des périodes de rétrolavage de la membrane en inversant le sens de circulation du perméat.

Pour modéliser de manière plus appropriée le système de filtration considéré, quelques modifications ont donc été apportées sur le modèle de Benyahia *et coll.* :

- d'une part, les équations 3.6 et 3.7 relatives au lavage de la membrane ne sont pas considérées car les données expérimentales décrivent seulement la variation du flux lors d'un cycle de filtration de 10 minutes.
- D'autre part, comme il s'agit d'un procédé conventionnel de filtration, les paramètres spécifiques aux bio-réacteurs à membrane, notamment les concentrations de substrat  $S_T$ , de biomasse  $X_T$  et de Produits Microbiens Solubles  $PMS$ , ont été substitués par la concentration totale de l'effluent à l'entrée du pilote  $C_{tot}$ .
- De plus, le terme lié à l'aération dans l'équation 3.1 a été éliminé.
- Et enfin, l'équation 3.4 a été réécrite pour décrire la variation du flux de perméat à PTM constante.

Compte tenu de ce qui précède, la nouvelle formulation du modèle de Benyahia *et coll.* est comme suit :

$$\dot{m} = Q_{perm} C_{tot} \quad (3.10)$$

$$R_{tot} = R_m + \alpha \frac{m}{A} \quad (3.11)$$

$$J = \frac{Q_{perm}}{A} = \frac{PTM}{\mu R_{tot}} \quad (3.12)$$

Le seul paramètre à identifier dans le modèle de Benyahia *et coll.* est la résistance spécifique du gâteau  $\alpha$ . Les valeurs des autres paramètres sont données dans le tableau 3.3.

Tableau 3.3 – Données d'ajustement du modèle de Benyahia *et coll.* aux données expérimentales

N° d'expérience	PTM [bar]	Effluent	$C_{tot}$ [g.L <sup>-1</sup> ]	$\mu$ [Pa.s]	Seuil de coupure	$R_m$ 10 <sup>12</sup> [m <sup>-1</sup> ]	$A$ [m <sup>2</sup> ]
E1	1,5	Lie	23,2	10 <sup>-3</sup>	1,4 $\mu m$	0,19	0,00527
E2	3				0,2 $\mu m$	0,4	
E3	1,5				50 <i>kDa</i>	5	
E4	3				1 <i>kDa</i>	9	
E5	1,5				1,4 $\mu m$	0,19	
E6	3				0,2 $\mu m$	0,4	
E7	1,5				50 <i>kDa</i>	5	
E8	3				1 <i>kDa</i>	9	
E9	1,5	Digestat liq.	3,5	10 <sup>-3</sup>	1,4 $\mu m$	0,19	
E10	3				0,2 $\mu m$	0,4	
E11	1,5				50 <i>kDa</i>	5	
E12	3				1 <i>kDa</i>	9	
E13	1,5				1,4 $\mu m$	0,19	
E14	3				0,2 $\mu m$	0,4	
E15	1,5				50 <i>kDa</i>	5	
E16	3				1 <i>kDa</i>	9	

Le tableau 3.4 récapitule les valeurs de  $\alpha$  correspondant au meilleur ajustement du modèle sur les données expérimentales de chaque cas.

Les résultats d'ajustement du modèle sur les données expérimentales du flux pour chaque cas sont représentés dans les figures 3.4-3.19. Les coefficients de détermination  $R^2$  obtenus pour chaque ajustement sont indiqués sur les figures. Les résultats montrent que le modèle est capable de reproduire convenablement la variation du flux de perméat pour différentes conditions opératoires avec des valeurs de  $R^2$  qui dépassent 93 %.

Tableau 3.4 – Résultats d'ajustement du modèle de Benyahia *et coll.* aux données expérimentales

N° d'expérience	Valeur de $\alpha$ ( $10^{10} m.kg^{-1}$ )
E1	12
E2	7
E3	95
E4	46
E5	2000
E6	1900
E7	7000
E8	2150
E9	26,5
E10	13
E11	108
E12	67
E13	15300
E14	9750
E15	13100
E16	16340

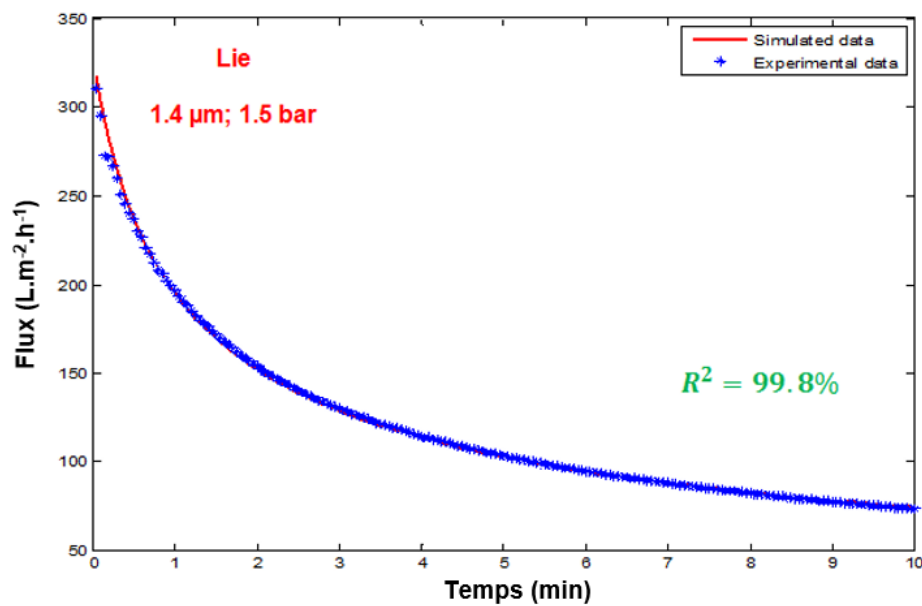


FIGURE 3.4 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 1,4  $\mu m$  à 1,5 bar

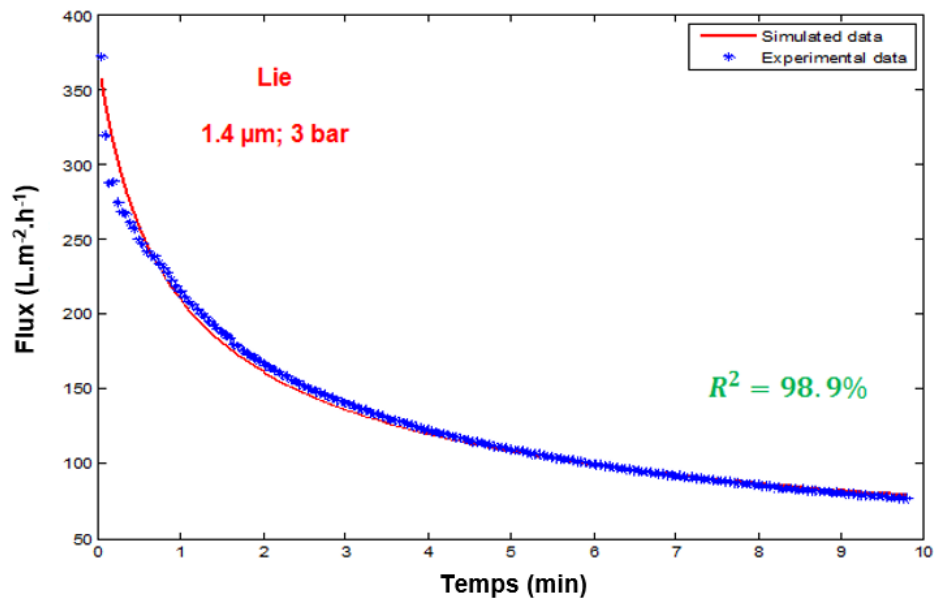


FIGURE 3.5 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 1,4 μm à 3 bar

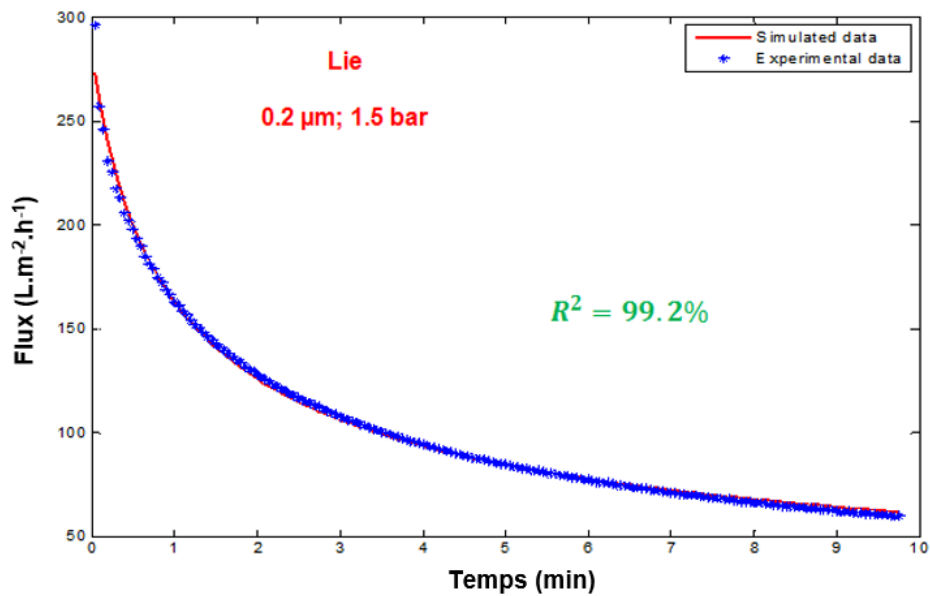


FIGURE 3.6 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 0,2 μm à 1,5 bar

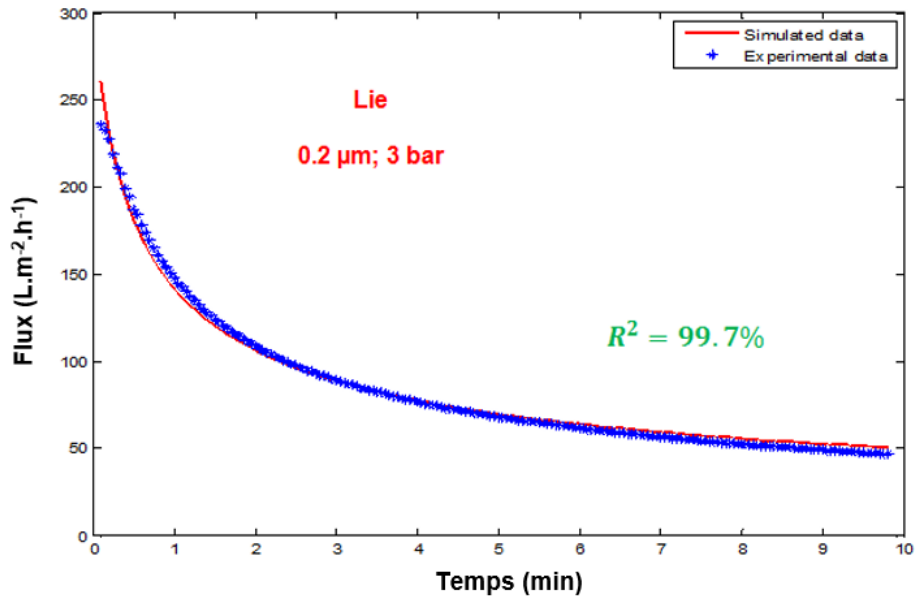


FIGURE 3.7 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane  $0,2 \mu\text{m}$  à 3 bar

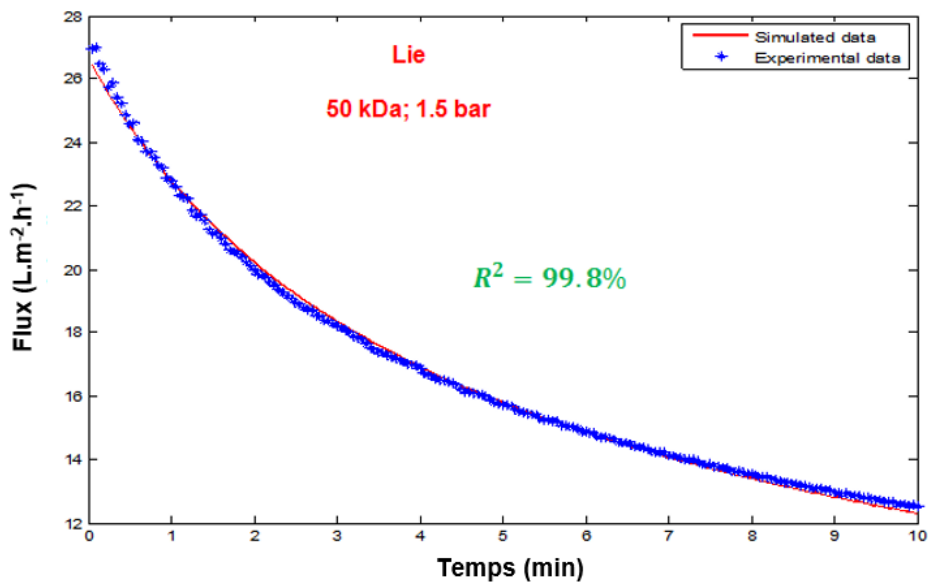


FIGURE 3.8 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 50 kDa à 1,5 bar

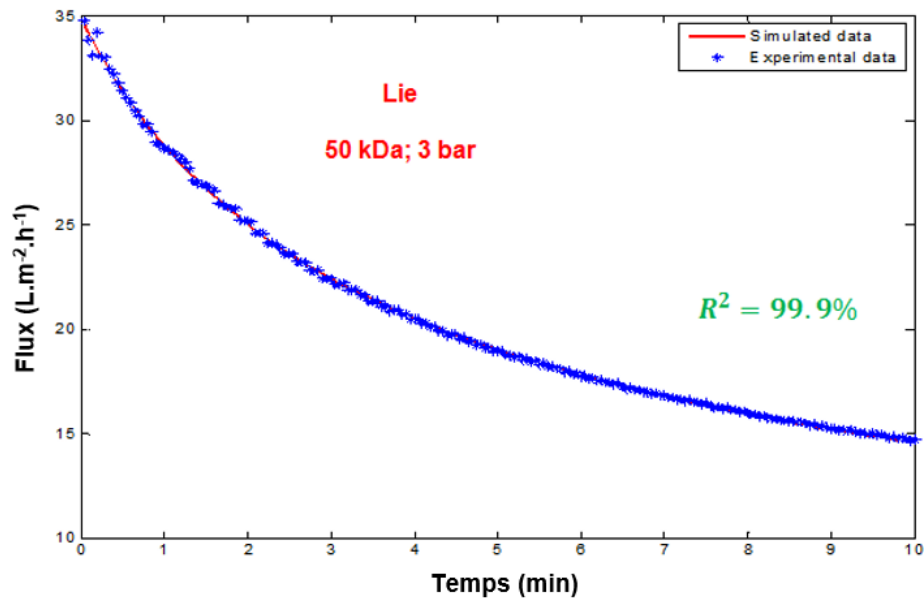


FIGURE 3.9 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 50 *kDa* à 3 *bar*

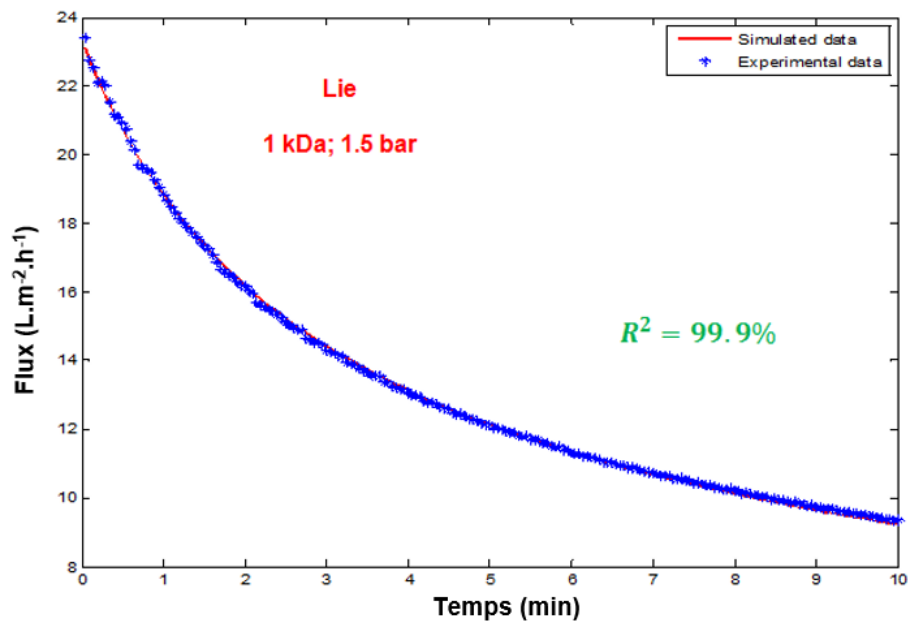


FIGURE 3.10 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 1 *kDa* à 1,5 *bar*

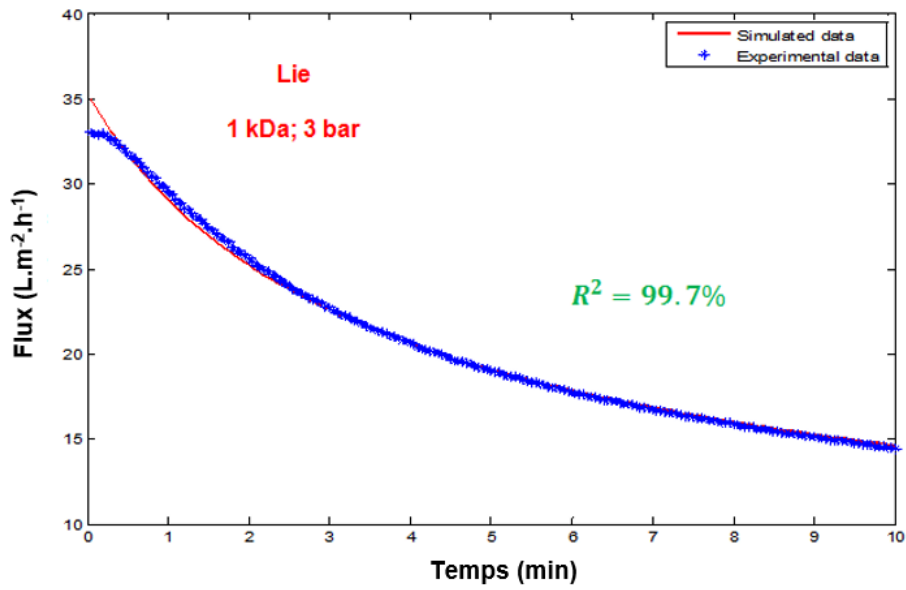


FIGURE 3.11 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration de la lie de vin avec la membrane 1 *kDa* à 3 *bar*

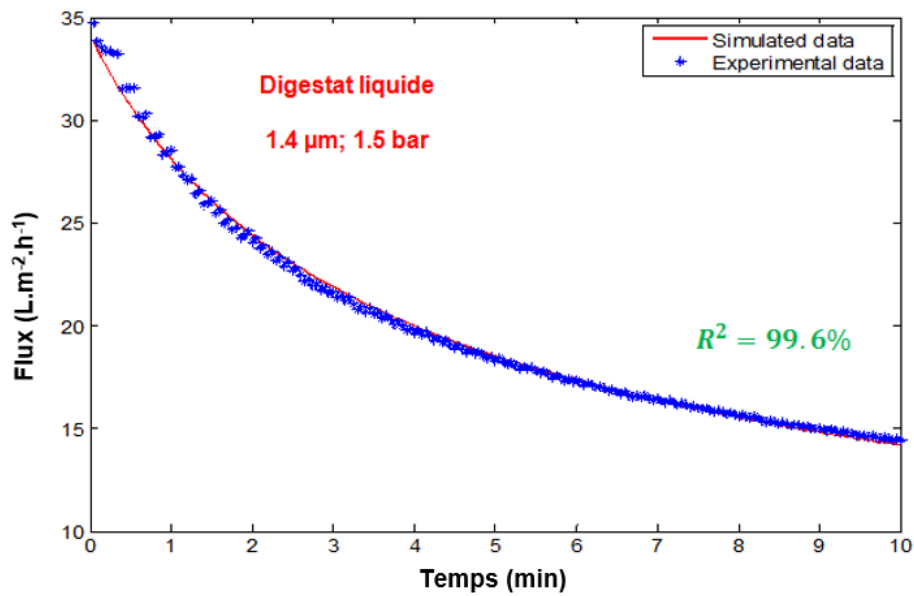


FIGURE 3.12 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 1,4 μm à 1,5 bar

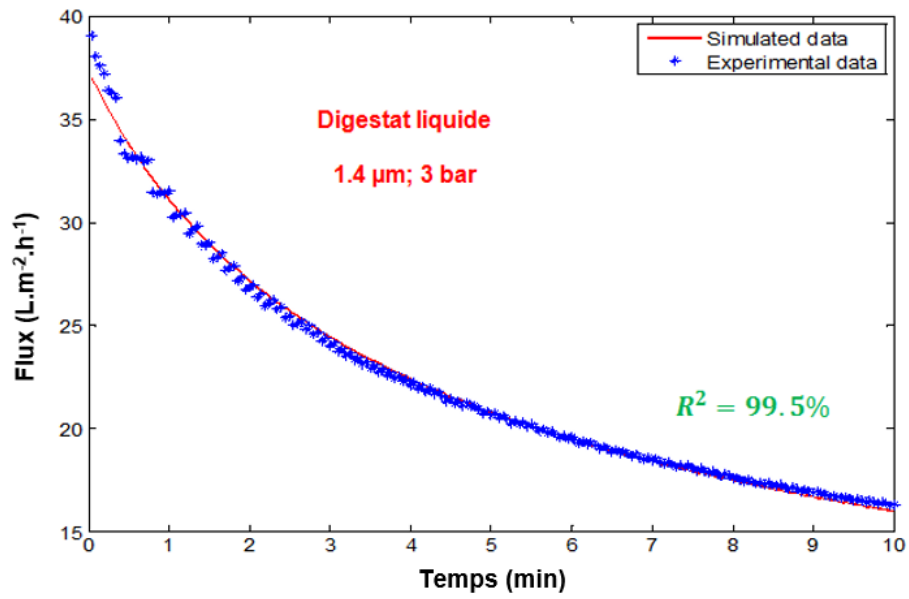


FIGURE 3.13 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 1,4 μm à 3 bar

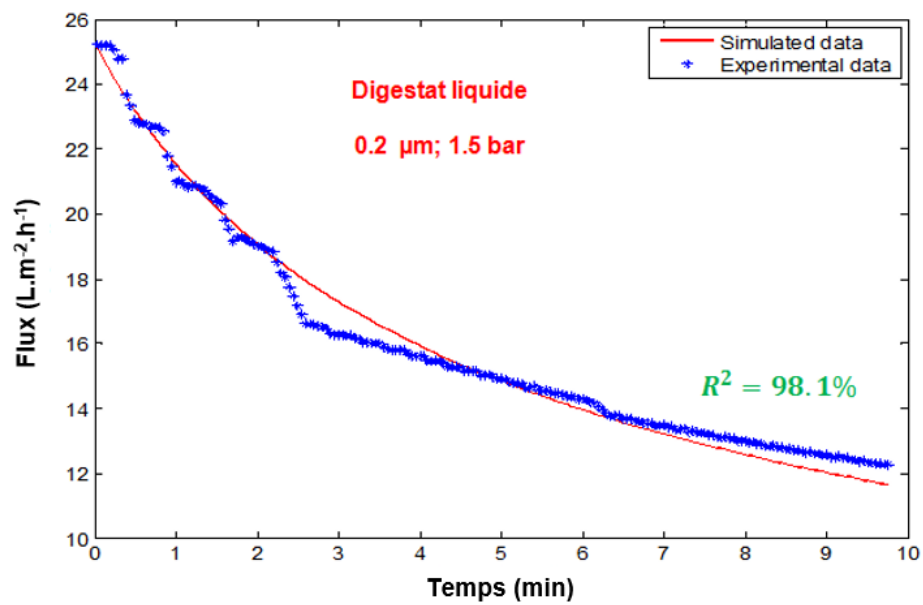


FIGURE 3.14 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 0,2 μm à 1,5 bar



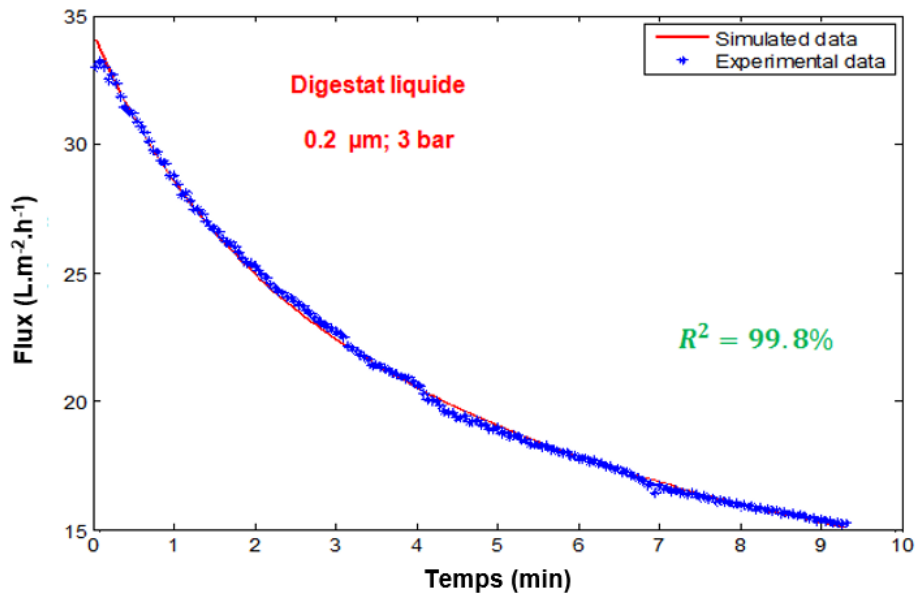


FIGURE 3.15 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 0,2 μm à 3 bar

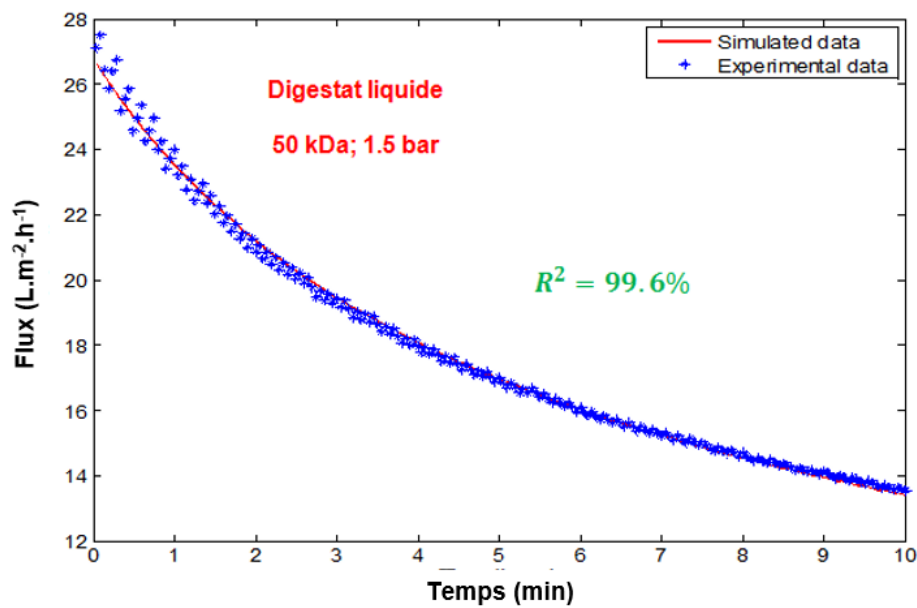


FIGURE 3.16 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 50 kDa à 1,5 bar

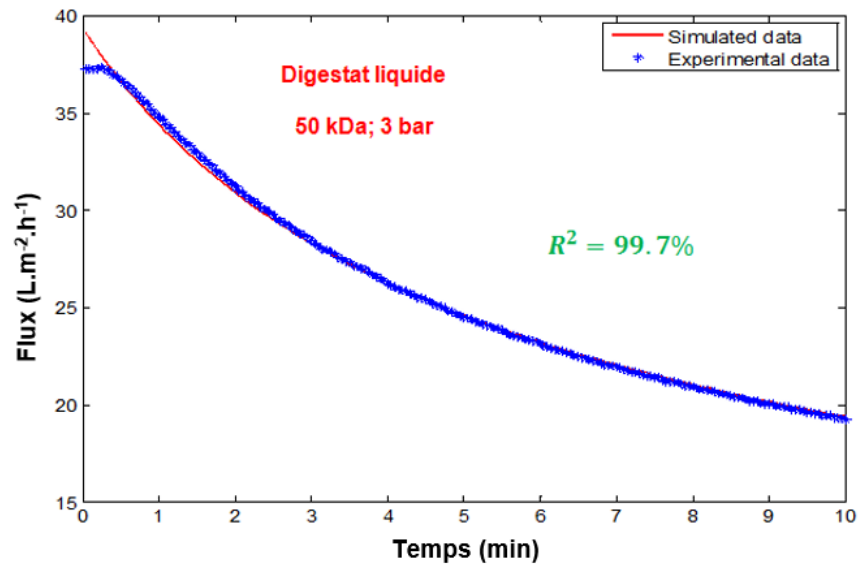


FIGURE 3.17 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 50 *kDa* à 3 *bar*

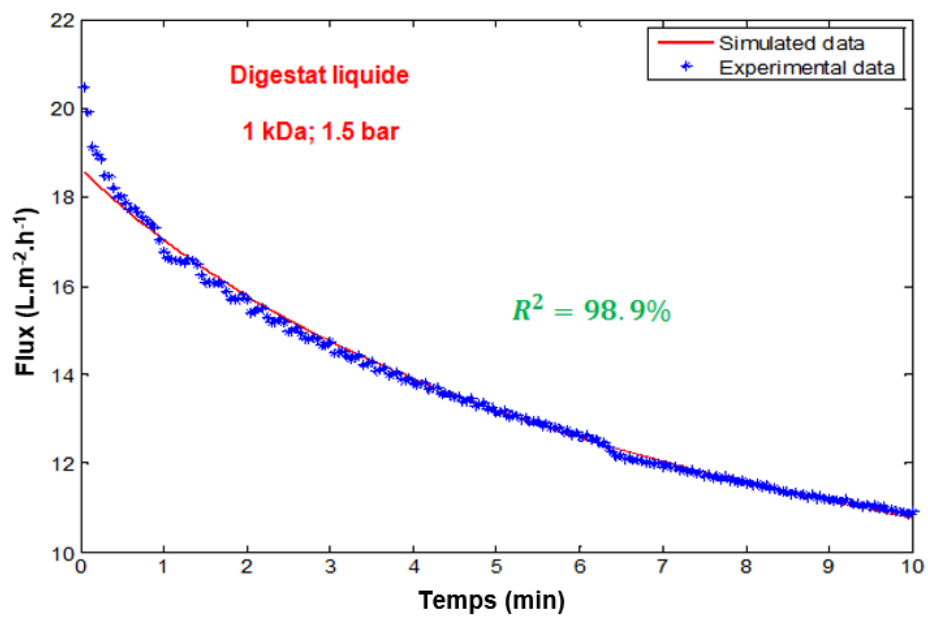


FIGURE 3.18 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 1 *kDa* à 1,5 *bar*

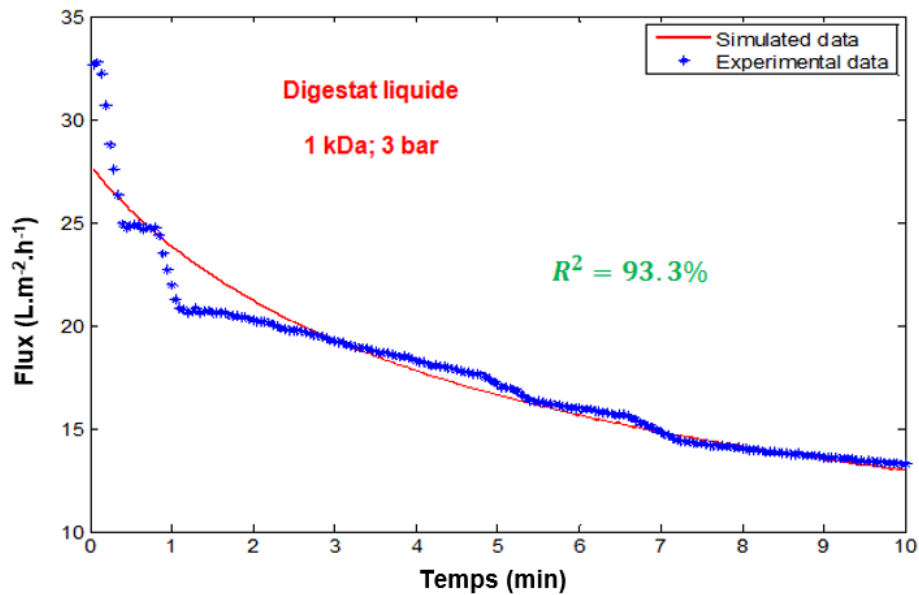


FIGURE 3.19 – Calage du modèle aux données du flux de la filtration du digestat avec la membrane 1 *kDa* à 3 *bar*

### 3.5 Conclusion

L'objectif de ce chapitre a été de justifier le choix de l'utilisation du modèle de filtration de Benyahia *et coll.* avant d'entreprendre le travail d'optimisation et de contrôle du colmatage.

Nous avons testé les capacités de ce modèle à reproduire des jeux de données obtenus pour différents systèmes de filtration et pour différentes conditions opératoires.

Dans la plupart des cas, le modèle de Benyahia *et coll.* réussit, en ajustant ses paramètres, à décrire les dynamiques des procédés de filtration considérés.

On peut conclure alors que le modèle présenté par Benyahia *et coll.* (2014) est suffisamment simple et générique pour être utilisé pour le contrôle des systèmes de filtration membranaire.

# Chapitre 4

## Optimisation numérique de la stratégie de fonctionnement d'un procédé de filtration membranaire

### 4.1 Introduction

Le lavage physique de la membrane à des intervalles périodiques est un moyen possible pour contrôler et limiter le colmatage. Le lavage physique est un procédé qui élimine le colmatage réversible de la surface de la membrane et des pores. Généralement, il se fait soit par relaxation, soit par rétrolavage, soit par une combinaison des deux [4, 18].

Même si le nettoyage physique ne peut pas éliminer les phénomènes du colmatage irréversible, dans les conditions optimales il peut ralentir l'accumulation de celui-ci, entraînant ainsi un nettoyage chimique moins fréquent, une amélioration de la productivité de perméat et une réduction des coûts d'exploitation.

En pratique, la fréquence de lavage est fixée selon les recommandations des fabricants des membranes ou selon l'expérience de l'opérateur. Dans la plupart des cas, il ne s'agit pas de la fréquence optimale de lavage ce qui conduit à un fonctionnement non-optimal du procédé, entraînant un gaspillage du temps de production, du perméat et d'énergie.

Dans ce chapitre, nous proposons une approche numérique d'optimisation permettant de déterminer la séquence optimale de lavage pour des procédés de filtration membranaire fonctionnant à PTM constante.

### 4.2 Définition du problème d'optimisation

Un problème d'optimisation consiste à rechercher une variable de contrôle qui maximise ou minimise une fonction objectif, compte tenu d'un modèle mathématique représentant la dynamique du processus impliqué et des contraintes possibles.

Dans notre cas, nous nous proposons d'optimiser, sur une période de temps donnée, la production d'un procédé de filtration membranaire MF ou UF fonctionnant à PTM constante en alternant des cycles de filtration et de relaxation. Dans la suite, nous définissons les éléments du problème d'optimisation.

### 4.2.1 Modélisation mathématique

Le modèle de filtration adéquat pour l'optimisation d'un système de filtration membranaire doit faire le compromis à la fois entre :

- la précision de prédiction de la dynamique de colmatage ;
- la généricité c'est à dire un modèle capable de reproduire le plus fidèlement possible différent jeu de données ;
- et, la simplicité c'est à dire un modèle qui ne contient pas beaucoup de paramètres à estimer

On a montré dans le chapitre 3 que le modèle de Benyahia *et coll.* (2014) [60, 61] est un bon candidat et il répond aux critères précisés ci-dessus.

À ce niveau, quelques modifications ont été apportées sur le modèle de Benyahia *et coll.* (voir section 3.2) afin de tenir compte des hypothèses suivantes :

- Le colmatage par accumulation de la matière est le mécanisme prédominant ;
- Le système fonctionne à PTM constante ;
- La concentration de l'effluent à l'entrée de procédé de filtration est constante et égale à  $C_{tot}$
- La surface filtrante de la membrane varie très peu au cours de temps et elle peut être considérée constante.
- La régénération de la membrane est faite par relaxation.

Ainsi, la dynamique de l'accumulation de la matière est représentée par l'équation 4.1. La résistance totale de la membrane à la filtration est donnée par l'équation 4.2. La diminution de flux de perméat à PTM constante est modélisée selon la loi de Darcy par l'équation 4.3. Enfin, la dynamique de détachement du gâteau lors de la relaxation de la membrane est décrite par l'équation 4.4 :

- Filtration :

$$\dot{m} = \delta Q_{perm} C_{tot} \quad (4.1)$$

$$R_{tot} = R_m + \alpha \frac{m}{A} \quad (4.2)$$

$$J = \frac{Q_{perm}}{A} = \frac{PTM}{\mu R_{tot}} \quad (4.3)$$

- Relaxation :

$$\dot{m} = -\omega m \quad (4.4)$$

$$(4.5)$$

## 4.2.2 Objectifs et contraintes d'optimisation

Un système de filtration membranaire est un procédé hybride qui alterne lors de son fonctionnement des cycles de filtration et de lavage. Dans notre cas, le lavage est effectué par relaxation de la membrane.

Toutefois, le nombre et les instants optimaux de commutation entre filtration et relaxation (*i.e* la séquence de fonctionnement) correspondants au procédé de filtration en question ne sont pas connus.

Pour cela, on définit la variable de contrôle  $u(t)$  qui traduit mathématiquement la séquence de fonctionnement de procédé. À partir de maintenant et dans la suite du manuscrit, on notera  $u = 1$  pour décrire la période de filtration et  $u = 0$  pour la période de relaxation.

Ainsi, l'objectif d'optimisation est de trouver  $u(t)$  optimal notée  $u^*(t)$  qui permet de maximiser la production nette du système en perméat par unité de surface filtrante sur un intervalle de temps  $[0, T]$ .

Lorsque le système commute entre filtration et relaxation, la production nette du système par unité de surface filtrante est définie comme étant la somme des flux de perméat,  $J(t)$ , produits de 0 à  $T$ . Ainsi la fonction objectif à optimiser est donnée par l'équation 4.6.

$$L_1 = \int_0^T u(t)J(m(t))dt \quad (4.6)$$

avec la convention :

$$u = \begin{cases} +1 & \text{en filtration} \\ 0 & \text{en relaxation} \end{cases} \quad (4.7)$$

## 4.3 Outils d'optimisation numérique

Le problème d'optimisation défini dans ce chapitre est un problème non-linéaire car le système physique à optimiser (*i.e* le procédé de filtration membranaire) est un système non-linéaire. Or, la solution d'un problème d'optimisation non-linéaire implique souvent plusieurs optima locaux [64].

L'optimisation globale identifie le meilleur optimum entre les différents optima locaux. La boîte à outils d'optimisation globale de MATLAB offre des solveurs qui sont censés pouvoir être capables de trouver des solutions globales pour des problèmes d'optimisation linéaires et non-linéaires. Ces solveurs d'optimisation sont : Global Search, Pattern Search, multistart, les algorithmes génétiques et les solveurs du recuit simulé.

Parmi ces solveurs, on a choisi deux solveurs différents pour résoudre notre problème d'optimisation, qui sont : Global Search et Pattern Search. Chacun de ces deux solveurs a ses propres caractéristiques.

Le solveur Pattern Search est basé sur l'algorithme Pattern Search tandis que le

solveur Global Search fait appel au solveur local fmincon.

Le principe de base de ces deux solveurs est similaire et il est illustré sur la figure 4.1. Dans un premier temps, le modèle est simulé à partir d'un point de départ défini par l'utilisateur et la correspondante fonction objectif est calculée. Ensuite, le solveur génère d'autres points de démarrage et calcule pour chaque point la valeur de la fonction objectif. La solution retenue est celle qui correspond à la valeur la plus élevée du critère.

Le solveur Pattern Search recherche un optimum dans le bassin d'attraction de point de départ tandis que le solveur Global Search démarre son solveur local fmincon à partir de plusieurs points de départ pour cibler différents bassins d'attraction.

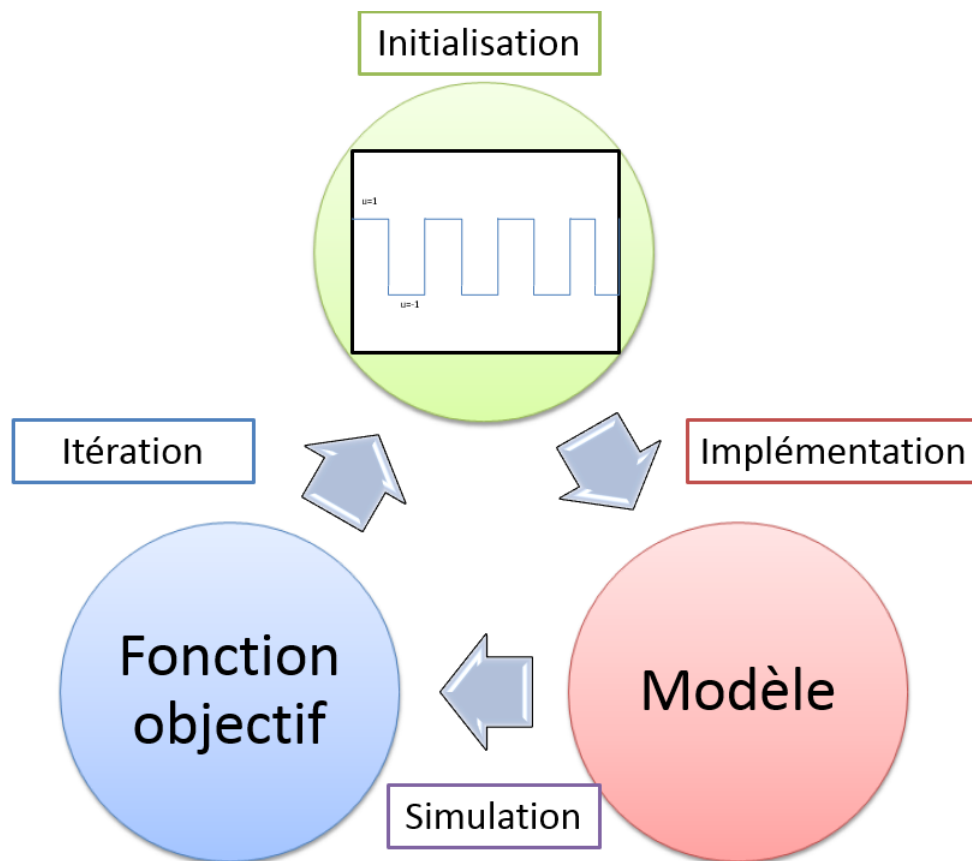


FIGURE 4.1 – Principe de base des deux solveurs d'optimisation : Global Search et Pattern Search

## 4.4 Application à un cas d'étude

### 4.4.1 Méthodologie

Dans [60], Benyahia *et coll.* proposent des simulations de fonctionnement d'un BRM qui applique un cycle relaxation de 5 minutes toutes les 2 heures de filtration. Sur un temps de fonctionnement de dix heures, quatre cycles de relaxation sont effectués pour conduire à une production nette en perméat égale à  $254 L.m^{-2}$ .

Cette stratégie de fonctionnement, appelée dans la suite "stratégie classique", n'est pas optimisée. L'objectif de notre travail est de déterminer la séquence de fonctionnement optimale pour ce système de filtration.

Les valeurs des paramètres du modèle décrivant le procédé de filtration en question sont résumés dans le tableau 4.1.

Tableau 4.1 – Les valeurs des paramètres du modèle de Benyahia *et coll.*

Paramètres	Valeurs	Unités
$PTM$	0,25	<i>bar</i>
$\mu$	$10^{-3}$	<i>Pa.s</i>
$R_m$	$10^{12}$	$m^{-1}$
$\alpha$	$10^{10}$	$m.kg^{-1}$
$A$	0,2	$m^2$
$\omega$	25	$h^{-1}$
$C_{tot}$	0,15	$g.L^{-1}$
$\delta$	50	<i>sans dimension</i>
$m_0$	$10^{-3}$	<i>g</i>

Lors d'un test préliminaire d'optimisation, nous avons fixé le nombre de cycles de relaxation égale à quatre ( $N = 4$ ) et le temps d'un cycle de relaxation  $T_R$  à 5 *minutes* exactement comme dans la "stratégie classique".

L'objectif est de tester si les solveurs d'optimisation peuvent trouver une séquence de fonctionnement qui améliore la production totale d'eau du système sous les contraintes  $N = 4$  et  $T_R = 5$  *minutes*.

Le tableau 4.2 compare la production nette de la "stratégie classique" avec la valeur optimale du critère d'optimisation (cf. équation 4.6) déterminée par chacun des deux solveurs sur 10 heures de fonctionnement, pour  $N = 4$  et  $T_R = 5$  *minutes*. Sous ces conditions, la production totale sur 10 *heures* de fonctionnement n'est améliorée que par 3 % en utilisant le solveur Pattern Search et par 2 % seulement en utilisant le solveur Global Search.

Pour résoudre ce problème d'optimisation, nous procédons comme suit :

- nous gardons toujours la durée d'un cycle de relaxation  $T_R = 5$  *minutes* et la durée totale de fonctionnement  $T = 10$  *heures*.



Tableau 4.2 – La production nette en eau par unité de surface pour  $N = 4$  et  $T_R = 5$  minutes : "stratégie classique" VS solveurs d'optimisation

	La production nette par unité de surface [ $L.m^{-2}$ ]
Stratégie classique	254
Pattern Search	263
Global Search	260

- Par contre, le nombre de cycle de relaxation  $N$  a été varié de 4 à 100. Pour chaque valeur de  $N$ , l'objectif des deux solveurs est de déterminer la séquence optimale c'est à dire les instants de commutations optimaux des  $N$  cycles de relaxation qui maximise la fonction objectif donnée par l'équation 4.6.

nous comparons ensuite les résultats pour les différentes valeurs de  $N$ . La stratégie optimale est celle qui conduit à la meilleur production nette sur un temps  $T = 10$  heures.

#### 4.4.2 Résultats d'optimisation

Lorsque nous avons varié le nombre de cycles de relaxation  $N$  de 4 à 100 tout en gardant la durée d'un cycle de relaxation constante et égale à 5 minutes, les deux solveurs d'optimisation arrivent à améliorer d'une manière significative la production nette du système en comparaison avec la "stratégie classique".

La figure 4.2 présente les solutions du problème d'optimisation déterminées par les deux solveurs Pattern Search et Global Search pour  $N$  variant de 4 à 100.

Les résultats montrent qu'en augmentant le nombre de cycles de relaxation, la production en eau s'améliore. Pour les deux solveurs, la production nette maximale d'eau est obtenue pour des valeurs de  $N$  qui varient dans l'intervalle [26, 38]. Cela confirme que notre problème d'optimisation admet des minima locaux c'est à dire il existe une plage des valeurs de  $N$  pour laquelle la valeur du critère est la même.

Dans l'intervalle des optima locaux (*c.-à-d*  $N \in [26, 38]$ ), le solveur Pattern Search optimise mieux la fonction objectif que le solveur Global Search. Les valeurs de critère déterminées par Pattern search sont supérieures à celles calculées par Global Search. La meilleure valeur du critère déterminée par Pattern Search correspond à  $N = 34$  et elle est égale à  $410 L.m^{-2}$  pour contre pour Global Search le meilleur critère est égal à  $380 L.m^{-2}$  et correspondil est obtenu à  $N = 26$ .

Les valeurs de critère calculées par Global Search se dégradent lorsque le nombre de cycles de relaxation  $N$  devient supérieur à 38 pour atteindre une valeur égale à  $290 L.m^{-2}$  lorsque  $N = 100$ .

La chute du critère lorsque le nombre de cycle de relaxation devient grand pourrait être due à l'augmentation du temps de non productivité du système. En fait, le temps total de la relaxation de la membrane devient plus grand que le temps total de filtration.

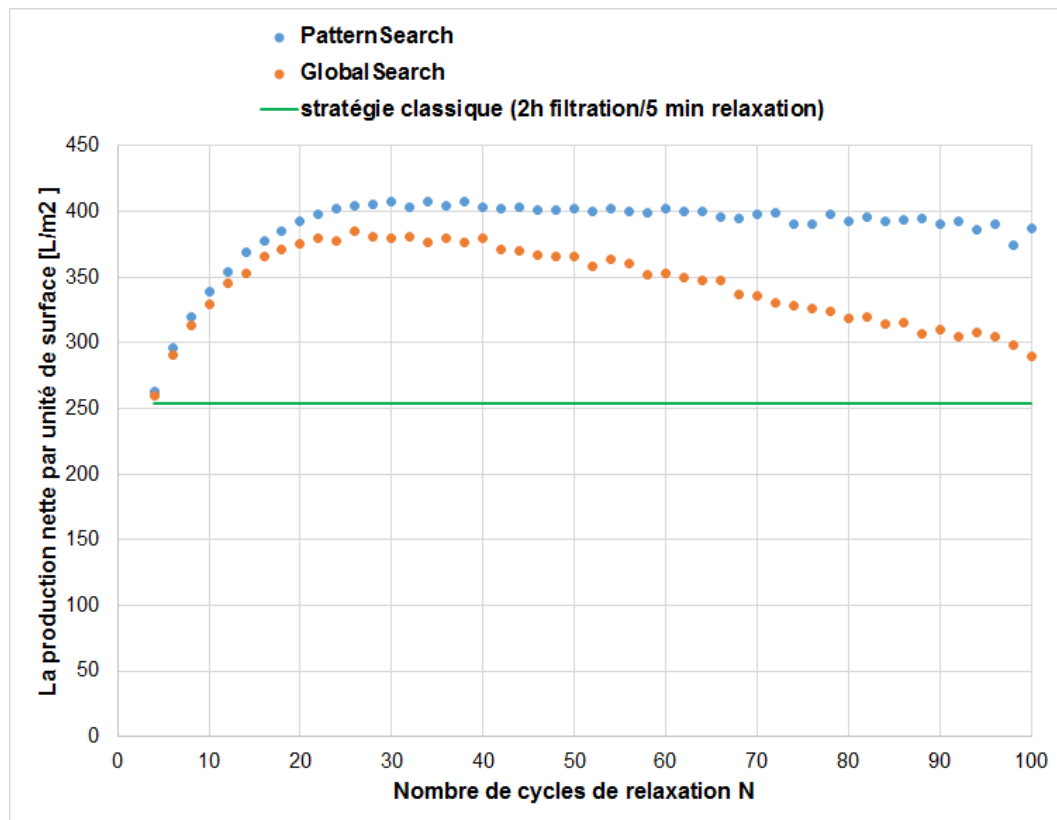


FIGURE 4.2 – La valeur de critère pour différent nombre de cycle de relaxation

Toutefois, cette tendance est différente pour Pattern Search. En effet, les valeurs de critère déterminées par Pattern Search atteignent une valeur maximale qui reste à peu près constante pour des valeurs de  $N$  qui varient entre 38 et 100.

Ces résultats révèlent un grand problème des méthodes numériques d'optimisation qui est la non reproductibilité des résultats. En effet, chaque solveur a ses propres caractéristiques qui conduisent à des solutions différentes pour le même problème d'optimisation.

Des constatations similaires ont été mentionnées dans [65]. Un problème d'optimisation a été résolu par cinq solveurs différents de la boîte à outils d'optimisation de MATLAB : `fminunc`, Pattern Search, `ga`, `particleswarm`, Global Search. Le problème d'optimisation défini dans [65] admet plusieurs minima locaux et un seul minimum global. Les résultats d'optimisation des cinq solveurs ont été très différents. Les solveurs `fminunc` et Pattern Search retournent des optima locaux. Les solveurs `ga`, `particleswarm` et Global Search réussissent à déterminer l'optimum global.

Si nous interprétons les résultats présentés dans la figure 4.2 d'un point de vue pratique, nous pouvons conclure que l'optimum correspond au minimum de commutation entre filtration et relaxation qui maximisent la production nette d'eau. En fait, en considérant  $N = 26$  comme la solution optimale, nous maximisons la production du système et nous limitons les risques d'endommagement des pompes de

perméation causés par une fréquence élevée de commutation. Ainsi, une production maximale d'eau est garantie tout en minimisant les coûts d'exploitation bien que ces coûts ne soient pas explicitement pris en compte dans le critère d'optimisation. Pour  $N = 26$ , la stratégie de fonctionnement déterminée par le solveur Pattern Search et GlobalSearch sont présentées respectivement dans les figures 4.3 et 4.4. Les séquences de fonctionnement déterminées par les deux solveurs ne sont pas régulières c'est à dire les cycles de filtrations ne se produisent pas à des moments uniformément espacés (cf. figures 4.3 et 4.4).

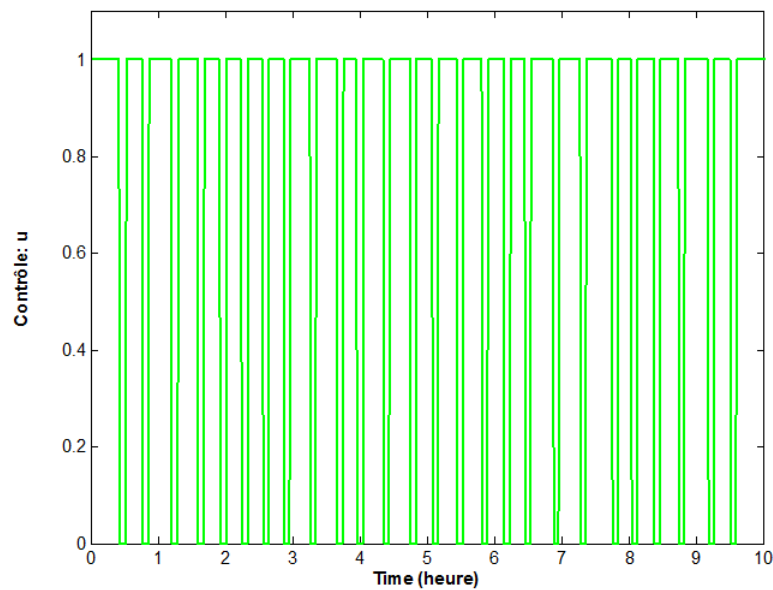


FIGURE 4.3 – La séquence de fonctionnement optimale déterminée par Pattern Search pour un nombre de cycles de relaxation  $N = 26$

## 4.5 Étude de robustesse des solveurs d'optimisation

L'étude de robustesse mesure la déviation de la réponse du système en présence des perturbations par rapport à l'optimal.

En pratique, il existe deux sources principales de perturbations qui peuvent affecter le système et dégrader ses performances : les erreurs de modélisation et les perturbations dans les entrées du système.

Les erreurs de modélisation sont généralement dues à des incertitudes sur les paramètres du modèle identifiés à partir de données expérimentales. Il est donc important de savoir si une petite variation des paramètres entraîne des changements importants sur la stratégie de commande calculée en utilisant le modèle considéré.

Dans cette section, nous nous proposons d'étudier la robustesse de la solution optimale déterminée par chacun des deux solveurs par rapport à des incertitudes sur les valeurs des paramètres du modèle.

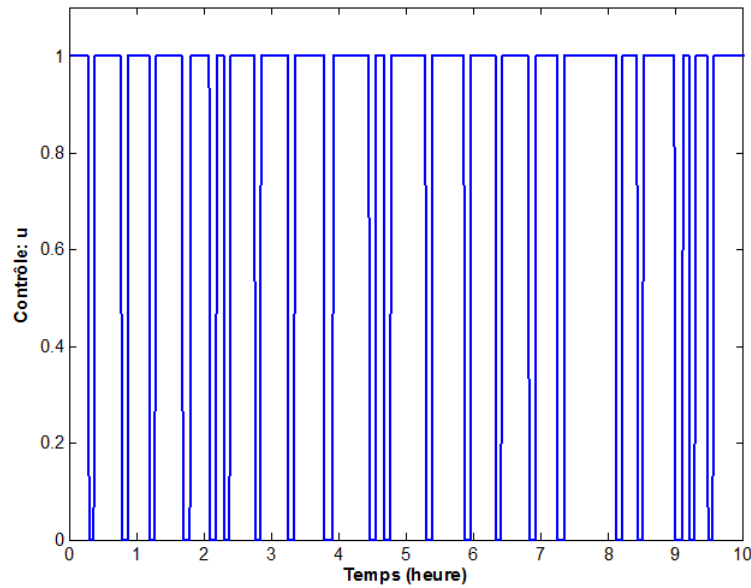


FIGURE 4.4 – La séquence de fonctionnement optimale déterminée par Global Search pour un nombre de cycles de relaxation  $N = 26$

L'étude de robustesse est réalisée en supposant des incertitudes d'amplitude  $\pm 10\%$  dans les paramètres du modèle afin de générer un ensemble de systèmes perturbés. Ensuite, la stratégie de fonctionnement optimale déterminée par chaque solveur (*cf.* figures 4.3 et 4.4) est appliquée à chacun des 1000 systèmes perturbés. La variance de la réponse du modèle par rapport à l'optimale est calculée selon l'équation 4.8.

$$\gamma(\%) = \frac{|L_{pert} - L_{opt}|}{L_{opt}} * 100 \quad (4.8)$$

avec :

$\gamma$  : pourcentage de déviation de la production nette d'eau par unité de surface par rapport à la production optimale ;

$L_{opt}$  : production nette optimale (pour  $N = 26$ ) par unité de surface déterminée par le solveur Pattern Search (resp. Global search) ;

$L_{pert}$  : production nette par unité de surface de système perturbé.

Sur les 1000 systèmes perturbés, les résultats de l'étude de robustesse de chacun des deux solveurs représentés sur les figures 4.5 et 4.6 mettant en évidence qu'une erreur de  $\pm 10\%$  dans les valeurs des paramètres du modèle ne modifie pas la production nette de plus de 15 % en valeur absolue de la valeur optimale.

L'amplitude de déviation est égale à l'amplitude de l'erreur en valeur absolue pour environ 90 % des itérations et pour les deux solveurs.

Cette étude met en évidence la robustesse des solutions optimales déterminées par les deux solveurs d'optimisation face aux incertitudes paramétriques.

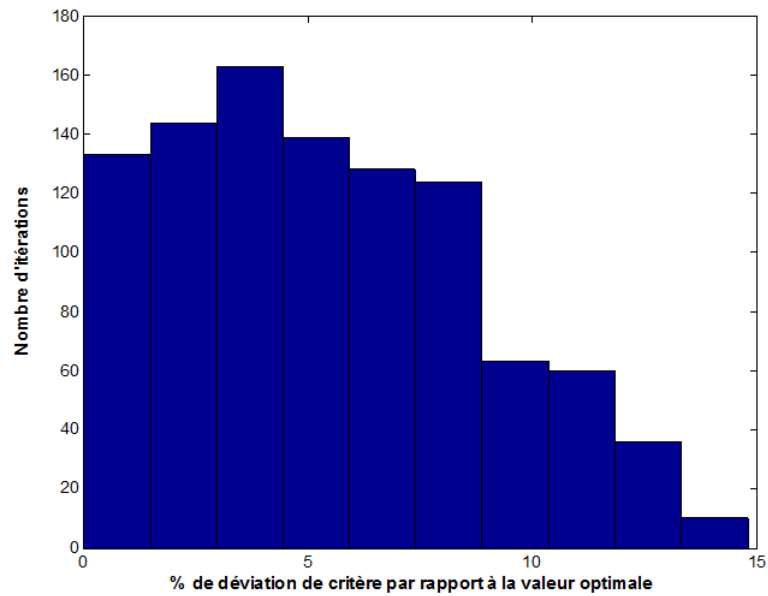


FIGURE 4.5 – Test de robustesse de la solution optimale de Pattern Search

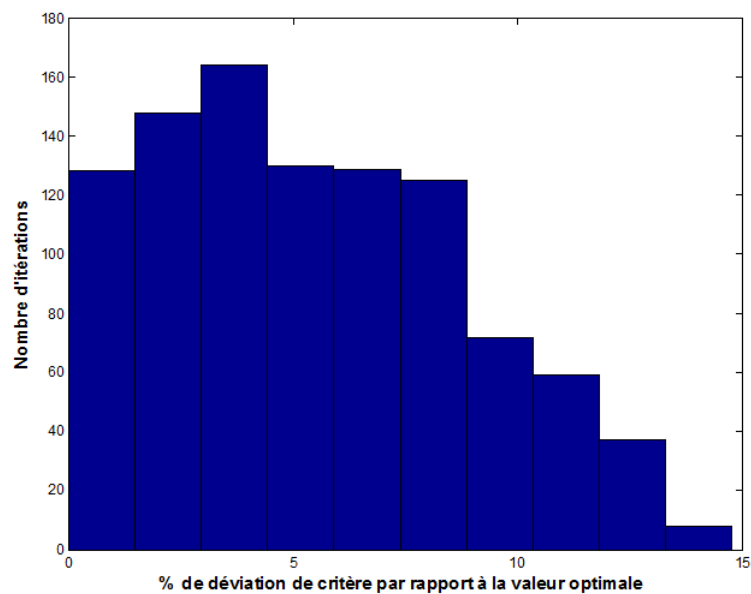


FIGURE 4.6 – Test de robustesse de la solution optimale de Global Search

## 4.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'optimisation du fonctionnement d'un système de filtration membranaire par des approches d'optimisation numériques dites "directes".

L'objectif du problème d'optimisation était de maximiser la production nette d'eau par unité de surface de la membrane d'un système de filtration fonctionnant en alternant des cycles de relaxation et de filtration sur une période de temps de 10 heures.

Le procédé de filtration a été modélisé par un modèle mathématique issu de la littérature.

Deux solveurs d'optimisation de la boîte à outils d'optimisation globale de MATLAB ont été utilisés. Les résultats obtenus montrent qu'en augmentant le nombre de cycles de relaxation, les deux solveurs d'optimisation peuvent améliorer la production nette du système de filtration (ou critère d'optimisation) par rapport à une "stratégie classique" de fonctionnement. Par ailleurs, les deux solveurs génèrent des valeurs de critère et des stratégies de fonctionnement différentes. Cela met l'accent sur l'influence du choix du solveur numérique sur les résultats d'optimisation.

Une analyse en présence d'incertitudes paramétriques met en évidence la robustesse des deux solveurs.

L'approche numérique présentée dans ce chapitre présente plusieurs inconvénients. D'une part, les solveurs d'optimisation employés nécessitent des temps de calculs très longs (entre une dizaine d'heures et quelques jours). D'autre part, pour les problèmes qui admettent d'optima locaux, le résultat déterminé par ces solveurs pourrait être un minimum global, mais il n'y a aucune garantie qu'il le soit. Probablement, ces solveurs trouvent l'optimum qui est dans le bassin d'attraction du point de départ ce qui donne lieu dans la plupart des cas à des résultats d'optimisation locaux.

Dans le chapitre suivant, nous proposons une approche analytique qui résout le problème et surmonte les inconvénients de l'approche numérique.



# Chapitre 5

## Contrôle optimal d'un système de filtration membranaire

### 5.1 Introduction

Pour pallier aux limitations de l'approche numérique détaillée dans le chapitre 4, nous résolvons dans le présent chapitre le problème d'optimisation d'un système de filtration membranaire par une approche analytique qui se base sur la théorie du contrôle optimal.

L'objectif de l'optimisation est de déterminer les instants et le nombre de commutations entre filtration et lavage physique de la membrane (soit par relaxation soit par rétrolavage) afin de maximiser sur une période de temps donnée la production nette par unité de surface de la membrane d'un système de microfiltration (MF) ou d'ultrafiltration (UF) fonctionnant à PTM constante.

Afin de traiter le problème dans sa plus grande généralité, l'analyse que nous réalisons ne sera pas basée sur un modèle spécifique, mais plutôt sur un modèle dont les dynamiques sont définies par des propriétés qualitatives. En procédant ainsi, nous pourrions déterminer la structure générale de la solution optimale pour toute une classe de procédés de MF/UF vérifiant les propriétés qualitatives définies.

Ensuite, la solution déterminée sera appliquée sur un cas d'étude décrit par un modèle spécifique.

Dans ce même chapitre est présentée une étude de robustesse. Son objectif est d'évaluer la capacité de la solution optimale à supporter sans conséquence de petites variations des paramètres du modèle.

### 5.2 Énoncé du problème de contrôle optimal

Dans cette section, nous introduisons le problème de contrôle optimal d'un système de filtration fonctionnant à PTM constante.

Un problème de contrôle optimal est un problème d'optimisation dont les inconnues



sont des contrôles du système. La résolution de ce problème consiste à trouver les contrôles qui permettent de minimiser un certain critère, éventuellement en présence de contraintes.

L'objectif dans notre cas est le contrôle du colmatage afin de maximiser la production nette du système de filtration sur une période donnée  $[0, T]$ .

Selon la méthode utilisée pour le lavage physique de la membrane trois cas différents sont traités :

*Cas#1* : les procédés qui alternent des cycles de filtration et de relaxation ;

*Cas#2* : les procédés qui alternent des cycles de filtration et de rétrolavage avec un flux de rétrolavage considéré constant ;

*Cas#3* : les procédés qui alternent des cycles de filtration et de rétrolavage avec un flux de rétrolavage d'importance variable selon le taux de colmatage de la membrane.

### 5.2.1 Hypothèses de modélisation

Pour modéliser le comportement d'un système de filtration membranaire et afin de dériver des solutions génériques au problème, nous considérons une classe de modèles dont les dynamiques sont définies par des propriétés qualitatives.

Étant donné que nous nous intéressons seulement aux systèmes de filtration MF et UF et compte tenu des conclusions du chapitre 2 et des résultats de la littérature [27, 56, 58, 66, 67], nous négligeons le blocage des pores et nous considérons que le colmatage est dû principalement à l'accumulation de la matière à la surface de la membrane.

Notons  $m$  la masse de dépôt formé pendant la filtration. Le flux de perméat décroît au fur et à mesure que  $m$  augmente.

Nous supposons que la masse de la matière qui se fixe sur la membrane est donnée par le système dynamique 5.1 où  $f_1$  est positive et décroissante. En effet, nous supposons que la vitesse à laquelle la masse est attachée à la surface de la membrane pendant la filtration est une fonction décroissante positive telle que :

$$\dot{m} = f_1(m) > 0 \quad (5.1)$$

Pendant le lavage physique de la membrane, soit par relaxation soit par rétrolavage, le gâteau est détruit et la perméabilité de la membrane augmente de nouveau. Nous supposons que la dynamique de détachement du gâteau peut être décrite par une dynamique négative croissante donnée par l'équation 5.2 où  $f_2$  est une fonction positive :

$$\dot{m} = -f_2(m) \leq 0 \quad (5.2)$$

À PTM constante, le flux de perméat diminue au cours du temps lorsque le colmatage de la membrane augmente. Par conséquent, la variation du flux de perméat  $J$  peut être décrite par une fonction positive décroissante de la masse de la matière accumulée à la surface de la membrane, comme suit :

$$J(m) > 0 \tag{5.3}$$

### 5.2.2 Critère d'optimisation

Dans cette section, nous écrivons le critère d'optimisation pour les 3 cas considérés (*cas#1*, *cas#2* et *cas#3*).

Dans le *cas#1*, la régénération de la membrane est effectuée par des périodes de relaxation. L'objectif est de déterminer le nombre et les instants de commutation entre filtration et relaxation qui permettent de maximiser la production nette du système.

Dans le *cas#2*, on considère que le développement du colmatage de la membrane est limité par l'initiation des cycles de rétrolavage pendant lesquels le flux de rétrolavage est constant et la PTM varie en fonction du colmatage.

À la différence du *cas#2*, dans le *cas#3* nous supposons que le rétrolavage est effectué à PTM constante et que le flux de rétrolavage augmente dès que la membrane est régénérée. L'objectif dans les deux derniers cas (*cas#2* et *cas#3*) est de déterminer le nombre et les instants de commutation entre filtration et rétrolavage qui permettent de maximiser la production nette en perméat sur une période de fonctionnement donnée.

Dans les trois cas, l'objectif est d'optimiser la production nette d'un système de filtration fonctionnant à PTM constante. Toutefois, la manière d'exprimer mathématiquement cet objectif est différente d'un cas à l'autre.

#### *Cas#1* : Filtration/Relaxation

L'expression mathématique du critère d'optimisation dans ce cas a été déjà donnée dans le chapitre 4 par l'équation 4.6. Le volume total produit pendant un temps de fonctionnement  $T$  correspond à la somme des flux de perméat produits pendant les cycles de filtration.

La séquence de filtration/relaxation est modélisée par la variable de contrôle  $u(t)$  donnée par l'équation 4.7 dans le chapitre 4.

Par la suite, l'objectif est de déterminer le contrôle optimal  $u(t)$  qui maximise le critère défini par l'équation 4.6 sous la contrainte de la dynamique du colmatage donnée par le modèle hybride suivant :

$$\dot{m} = uf_1(m) - (1 - u)f_2(m), \quad m(0) = m_0 \tag{5.4}$$

On entend par modèle hybride un système dont la dynamique dépend de la valeur discrète d'un contrôle c'est à dire si  $u = 1$ , on a la dynamique  $f_1$  et si  $u = 0$  on a la dynamique  $f_2$  (cf. équation 5.4).

**Cas#2 : Filtration/Rétrolavage avec un flux de rétrolavage constant**

Le critère à optimiser est donné par l'équation 5.5. En effet, la production nette du système par unité de surface pendant un intervalle de temps  $[0, T]$  est égale au volume total du perméat produit pendant la filtration par unité de surface moins le volume total du perméat utilisé pour le rétrolavage de la membrane.

$$L_2 = \int_0^T \frac{1+u(t)}{2} J(m(t)) - \frac{1-u(t)}{2} J_{BW} dt \quad (5.5)$$

avec  $J(m(t))$  le flux de perméat pendant la filtration et  $J_{BW}$  le flux de rétrolavage considéré constant.

Pour modéliser la séquence Filtration/Rétrolavage, on considère la variable de contrôle  $u(t)$  qui prend par convention la valeur +1 pendant les cycles de filtration et la valeur -1 pendant les cycles de rétrolavage :

$$u = \begin{cases} +1 & \text{en filtration,} \\ -1 & \text{en rétrolavage} \end{cases} \quad (5.6)$$

Le système hybride (équation 5.7) combine la dynamique du colmatage pendant la filtration et pendant le rétrolavage à travers la variable de contrôle  $u(t)$  :

$$\dot{m} = \frac{1+u}{2} f_1(m) - \frac{1-u}{2} f_2(m), \quad m(0) = m_0 \quad (5.7)$$

**Cas#3 : Filtration/Rétrolavage avec un flux de rétrolavage variable**

Si au cours du rétrolavage la PTM est constante, alors le flux du rétrolavage qui traverse la membrane augmente au fur et à mesure que le colmatage est éliminé. Dans ce cas, le flux de rétrolavage n'est plus constant et il peut être exprimé par la loi de Darcy tout comme le flux de perméat lors de la filtration à PTM constante, mais seulement dans le sens inverse de la filtration.

Par conséquent, le critère à optimiser est exprimé comme suit :

$$L_3 = \int_0^T u(t) J(m(t)) dt \quad (5.8)$$

avec  $J(m(t))$  le flux de perméat dans le sens de filtration ou dans le sens de rétrolavage (le sens inverse de celui de filtration).

Comme dans le cas#2, la séquence de fonctionnement est modélisée par la variable de contrôle  $u(t)$  définie par l'équation 5.6.

Le Principe du Maximum de Pontryagin (PMP) est appliqué afin de résoudre le problème d'optimisation dans chacun des trois cas et déterminer la séquence de fonctionnement optimale  $u(t)$  d'un système de filtration membranaire fonctionnant à PTM constante.

## 5.3 Principe du Maximum de Pontryagin (PMP)

### 5.3.1 Définition du Principe du Maximum de Pontryagin

Le Principe du Maximum de Pontryagin (PMP) est un principe très utilisé dans la théorie du contrôle optimal pour déterminer le contrôle qui minimise ou maximise un critère faisant intervenir les variables d'un système dynamique soumis à des contraintes.

Le PMP se base sur l'écriture de l'Hamiltonien (cf. Annexe A). L'Hamiltonien est exprimé en fonction du modèle dynamique décrivant le procédé, du critère et des contraintes d'optimisation.

Le PMP stipule que maximiser ou minimiser un critère est équivalent à maximiser ou minimiser l'Hamiltonien associé à ce critère.

Dans la suite, on va appliquer une version particulière de l'énoncé général du PMP (cf. Annexe A.2) dans chacun des trois cas (*cas#1*, *cas#2* et *cas#3*) afin de déterminer la solution optimale correspondante.

### 5.3.2 Application du Principe du Maximum de Pontryagin

#### *Cas#1* : Filtration/Relaxation

Dans le *cas#1*, l'Hamiltonien associé au système contrôlé donné par l'équation 5.4 s'écrit comme suit :

$$H(m, \lambda, u) = -\lambda f_2(m) + u[J(m) + \lambda(f_1(m) + f_2(m))] \quad (5.9)$$

où  $\lambda$  est appelé variable adjointe et le terme multiplié par la variable de contrôle  $u(t)$  est nommé fonction de commutation  $\phi(m, \lambda)$ .

La variable adjointe  $\lambda$  vérifie l'équation adjointe  $\dot{\lambda} = -\frac{\partial H}{\partial m}$ , définie comme suit :

$$\dot{\lambda} = \lambda f_2'(m) - u^*[J'(m) + \lambda(f_1'(m) + f_2'(m))], \quad (5.10)$$

et la condition finale  $\lambda(T) = 0$ , avec  $u^*$  le contrôle optimal.

La condition finale porte également le nom de condition de transversalité. Elle est définie selon le PMP par  $\lambda(T) = -\nabla C(x(T))$  avec  $C(x(T))$  est le coût terminal qui dépend de l'état terminal du système  $x(T)$ . Le problème qu'on traite est sans coût terminal et sans cible finale. Par conséquent,  $C(x(T)) = 0$  dans notre cas.

Ainsi, la condition finale s'écrit  $\lambda(T) = 0$ .

La fonction de commutation détermine quand le contrôle  $u$  doit être commuté entre ses différentes valeurs possibles : par exemple, entre filtration  $u = 1$  et relaxation  $u = 0$  mais aussi, entre un de ces modes de fonctionnement et un arc singulier dont la définition sera donnée plus tard.

La fonction de commutation associée au *cas#1* est donnée par l'équation 5.11 :

$$\phi(m, \lambda) = \frac{\partial H}{\partial u} = J(m) + \lambda(f_1(m) + f_2(m)) \quad (5.11)$$

Par ailleurs, selon le PMP, le contrôle optimal  $u^*$  qui maximise la fonction objectif du problème d'optimisation, maximise l'Hamiltonien par rapport à  $u$ , tel que :

$$u^* = \begin{cases} 1 & \text{si } \phi(m, \lambda) > 0 \\ 0 & \text{si } \phi(m, \lambda) < 0 \end{cases} \quad (5.12)$$

À l'instant  $T$ , on a  $\phi = J(m) > 0$ . Par continuité, on peut déduire que la fonction  $\phi$  est positive sur un intervalle de temps  $[\bar{t}, T]$  où  $\bar{t}$  est un instant de temps qui précède  $T$ . Par conséquent et d'après l'équation 5.12, on conclut qu'il existe un instant  $\bar{t} > 0$  tel qu'il est optimal de déclencher un cycle de filtration ( $u = 1$ ) sur l'intervalle  $[\bar{t}, T]$ .

La question qui subsiste est de savoir quelles sont les valeurs du contrôle optimal  $u^*$  dans le reste du temps  $[0, \bar{t}]$  et s'il existe un arc singulier. Par ailleurs, la valeur de  $\bar{t}$  dépend de la condition initiale  $m_0$ . Il est important, d'un point de vue pratique, de connaître le lieu dans le plan  $(t, m)$  où le contrôle optimal  $u$  commute à sa valeur finale  $+1$ .

Tout d'abord, on va commencer par étudier l'existence d'un arc singulier.

Le phénomène d'arc singulier se produit dans de nombreux cas de problème de contrôle optimal. Un arc singulier correspond à un intervalle de temps dans lequel le contrôle n'est pas Bang-Bang c'est à dire le contrôle n'est pas égal ni à sa valeur maximale ( $u = 1$ ) ni à sa valeur minimale (dans ce cas  $u = 0$ ), mais plutôt il est égal à une valeur entre les deux bornes. Cette situation apparaît typiquement lorsque le système est linéaire par rapport à la variable de contrôle.

Pour une étude approfondie de cette situation, nous renvoyons par exemple à [68]. Afin de vérifier l'existence d'un arc singulier, nous posons les hypothèses suivantes :

**Hypothèse 5.3.1.** *La variable de contrôle est une fonction de temps mesurable qui peut prendre n'importe quelle valeur dans  $[0, 1]$ .*

En effet, lorsqu'il s'agit de fonctions de contrôle prenant des valeurs à l'intérieur d'un ensemble non convexe (dans notre cas, il est égal à  $\{0, 1\}$ ), la théorie ne garantit pas l'existence d'un contrôle optimal. Par conséquent, en considérant l'hypothèse

5.3.1, nous avons agrandi l'ensemble des valeurs admissibles de  $u$  pour devenir tout l'intervalle  $[0, 1]$  afin d'assurer l'existence d'un contrôle optimal. Néanmoins, il est bien connu qu'un contrôle qui prend des valeurs différentes de 0 et 1 n'a pas une interprétation physique mais il peut être approximé par une séquence de commandes de "chattering" (cf. par exemple Zelikin (2013) [69]), comme décrit dans la section 5.5.

Sur un arc singulier, on a  $\phi = 0$  et  $\dot{\phi} = 0$ . Pour cela, on a commencé par écrire la dérivée de la fonction de commutation  $\phi$ , représentée par l'équation 5.13 :

$$\begin{aligned}\dot{\phi} &= \frac{\partial \phi}{\partial m} \dot{m} + \frac{\partial \phi}{\partial \lambda} \dot{\lambda} \\ \dot{\phi} &= [J' + \lambda(f'_1 + f'_2)][uf_1 - (1-u)f_2] + [\lambda f'_2 - u(J' + \lambda(f'_1 + f'_2))](f_1 + f_2) \\ \dot{\phi} &= -J'f_2 + \lambda(f'_2f_1 - f'_1f_2)\end{aligned}\tag{5.13}$$

À partir de l'équation 5.11, on a  $\lambda = \frac{\phi - J}{f_1 + f_2}$ . En remplaçant  $\lambda$  par son expression dans l'équation 5.13 on obtient :

$$\dot{\phi} = \frac{\psi}{f_1 + f_2} + \phi \frac{f'_2f_1 - f'_1f_2}{f_1 + f_2}\tag{5.14}$$

avec

$$\psi(m) = J(m)(f'_1(m)f_2(m) - f_1(m)f'_2(m)) - J'(m)f_2(m)(f_1(m) + f_2(m))\tag{5.15}$$

À partir de l'équation 5.14, on conclut qu'une condition nécessaire pour avoir un arc singulier  $[t_1, t_2]$  est d'avoir  $\psi(m) = 0$ .

Nous posons maintenant l'hypothèse suivante :

**Hypothese 5.3.2.** *La fonction  $\psi(m)$  admet une racine positive unique  $\bar{m}$  et on a :*

$$\psi(m)(m - \bar{m}) > 0 \quad \text{pour tout } m \neq \bar{m}\tag{5.16}$$

*Sous cette condition,  $m = \bar{m}$  est l'unique arc singulier possible.*

Cette hypothèse peut être vérifiée numériquement en considérant des expressions explicites des fonctions  $f_1$ ,  $f_2$  et  $J$  sous les hypothèses 5.1-5.3.

Sur l'arc singulier, le contrôle constant à appliquer est appelé contrôle singulier. Ce contrôle peut être dérivé à partir de l'équation 5.4 pour  $\dot{m} = 0$  lorsque  $m = \bar{m}$  :

$$\bar{u} = \frac{f_2(\bar{m})}{f_1(\bar{m}) + f_2(\bar{m})}\tag{5.17}$$

Il est important de noter que sous l'hypothèse 5.3.1 la valeur de  $\bar{u}$  appartient à  $[0, 1]$ .

Comme on l'a montré plus haut il est optimal de terminer le fonctionnement par un cycle de filtration ( $u = 1$ ). Par conséquent, la trajectoire optimale doit quitter l'arc singulier  $m = \bar{m}$  avec  $u = 1$  à un certain temps de commutation  $\bar{T} < T$ .

Le temps de commutation  $\bar{T}$  peut être obtenu en intégrant vers l'arrière la dynamique de filtration  $f_1$  entre le temps final  $T$  et l'instant  $\bar{T}$ , ce qui revient à écrire :

$$\bar{T} = T - \int_{\bar{m}}^{\bar{m}_T} \frac{dm}{f_1(m)} \quad (5.18)$$

avec  $\bar{m}_T$  la solution de l'équation 5.19. Elle traduit l'état final de la membrane à l'instant  $T$ .

$$J(\bar{m}_T) = \left( \frac{J(\bar{m})f_2(\bar{m})}{f_1(\bar{m}) + f_2(\bar{m})} \right) \quad (5.19)$$

L'équation 5.19 a été obtenue par le raisonnement suivant :  
 Sur l'arc singulier, la fonction de commutation  $\phi$  est nulle car le contrôle est constant. Par conséquent, on a :

$$H = -\bar{\lambda}f_2(\bar{m}) \quad (5.20)$$

et

$$\bar{\lambda} = \frac{-J(\bar{m})}{f_1(\bar{m}) + f_2(\bar{m})} \quad (5.21)$$

De plus, puisque la trajectoire optimale quitte l'arc singulier à un instant  $\bar{T}$  avec  $u = 1$  et à l'instant final  $T$  on a  $\lambda(T) = 0$ , alors sur l'intervalle  $[\bar{T}, T]$  on a :

$$H = J(m_T) = J(\bar{m}_T) \quad (5.22)$$

Par égalité entre les deux équations 5.20 et 5.22 et en remplaçant  $\bar{\lambda}$  par son expression (équation 5.21), on obtient l'équation 5.19 qui définit  $\bar{m}_T$ .

Maintenant, il reste à savoir s'il est toujours optimal de commencer le processus à  $t = 0$  par un cycle de filtration ( $u = 1$ ). Pour cela, on va examiner le comportement de la trajectoire optimale juste avant qu'elle n'atteigne l'arc singulier.

Selon l'hypothèse 5.3.2,  $\psi$  n'admet qu'une seule racine positive  $\bar{m}$ , ainsi on a :

$$\left| \begin{array}{ll} \psi(m) > 0 & \text{lorsque } m > \bar{m}, \\ \psi(m) < 0 & \text{lorsque } m < \bar{m} \end{array} \right. \quad (5.23)$$

De ce fait, la trajectoire de la solution optimale avant l'arc singulier est telle que :

- si  $\phi = 0$  avec  $m < \bar{m}$ , alors  $\dot{\phi} < 0$  (cf. équation 5.14). Cela implique que  $\phi$  ne peut changer de signe qu'en diminuant. Par conséquent, seul le contrôle  $u = 1$  (filtration) peut être optimal dans le domaine  $m < \bar{m}$  ;
- si  $\phi = 0$  avec  $m > \bar{m}$ , alors  $\dot{\phi} > 0$  (cf. équation 5.14). Cela implique que  $\phi$  ne peut changer de signe qu'en augmentant. Par conséquent, seul le contrôle  $u = 0$  (relaxation) peut être optimal dans le domaine  $m > \bar{m}$  ;

**Cas#2 : Filtration/Rétrolavage avec un flux de rétrolavage constant**

La production nette à optimiser d'un procédé de filtration membranaire alternant des cycles de filtration et de rétrolavage avec un flux de rétrolavage constant ( $J_{BW}$ ) est donnée par l'équation 5.5.

La dynamique d'un tel système est exprimée par le modèle hybride donné par l'équation 5.7.

Par convention, on définit :

$$J_+ = \frac{J(m) + J_{BW}}{2} \quad (5.24)$$

$$J_- = \frac{J(m) - J_{BW}}{2} \quad (5.25)$$

$$f_+ = \frac{f_1 + f_2}{2} \quad (5.26)$$

$$f_- = \frac{f_1 - f_2}{2} \quad (5.27)$$

$f_1$ ,  $f_2$  et  $J(m)$  sont des fonctions définies par leurs propriétés qualitatives données dans la section 5.2.1.

Ainsi, l'Hamiltonien correspondant au cas#2 s'écrit comme suit :

$$H(m, \lambda, u) = \lambda f_-(m) + J_-(m) + u[J_+(m) + \lambda f_+(m)] \quad (5.28)$$

Le terme qui multiplie  $u$  est la fonction de commutation  $\phi$  :

$$\phi(m, \lambda) = \frac{\partial H}{\partial u} = J_+(m) + \lambda f_+(m) \quad (5.29)$$

Le contrôle optimal  $u^*$  qui maximise l'Hamiltonien et par conséquent maximise le critère d'optimisation est donné par l'équation 5.30 :

$$u^* = \begin{cases} 1 & \text{lorsque } \phi(m, \lambda) > 0 \\ -1 & \text{lorsque } \phi(m, \lambda) < 0 \end{cases} \quad (5.30)$$

La variable adjointe,  $\lambda$ , vérifie  $\lambda(T) = 0$  et l'équation différentielle suivante :

$$\dot{\lambda} = -\frac{\partial H}{\partial m} = -[\lambda f'_-(m) + J'_-(m) + u [J'_+(m) + \lambda f'_+(m)]] \quad (5.31)$$

$\lambda(T)$  est nulle car notre problème est à T fixé et sans cout terminal.

À la fin du fonctionnement  $t = T$ , on a  $\phi = J_+(m)$  car  $\lambda(T) = 0$  (cf. équation 5.29).  $J_+(m)$  est une fonction positive car  $J(m) > 0$  (cf. équation 5.24). Par continuité, on déduit que  $\phi$  est une fonction positive sur un intervalle de temps  $[\bar{t}, T]$  avec



$\bar{t} < T$ . Par conséquent et d'après l'équation 5.30, nous concluons qu'il est optimal de mettre en place un cycle de filtration dans l'intervalle du temps  $[\bar{t}, T]$ .

Maintenant, on va vérifier l'existence d'un arc singulier dans l'intervalle du temps qui précède l'instant  $\bar{t}$ . Pour ce faire, nous posons l'hypothèse suivante :

**Hypothese 5.3.3.** *La variable de contrôle est une fonction de temps mesurable qui peut prendre n'importe quelle valeur dans  $[-1, 1]$ .*

Sur l'arc singulier, le contrôle est constant et la fonction de commutation  $\phi = 0$  et  $\dot{\phi} = 0$ . On commence par écrire la dérivée de la fonction de commutation :

$$\dot{\phi} = \frac{\partial \phi}{\partial m} \frac{\partial m}{\partial t} + \frac{\partial \phi}{\partial \lambda} \frac{\partial \lambda}{\partial t} \quad (5.32)$$

$$\dot{\phi} = [J'_+ + \lambda f'_+][uf_+ + f_-] + f_+[-\lambda f'_- - J'_- - u(J'_+ + \lambda f'_+)] \quad (5.33)$$

$$= J'_+ f_- - J'_- f_+ + \lambda(f'_+ f_- - f_+ f'_-) \quad (5.34)$$

De l'équation 5.29, on tire l'expression de  $\lambda$  et on la remplace dans l'équation 5.34, on obtient ainsi :

$$\dot{\phi} = J'_+ f_- - J'_- f_+ + \frac{J_+(f_+ f'_- - f'_+ f_-)}{f_+} + \frac{\phi(f'_+ f_- - f_+ f'_-)}{f_+} \quad (5.35)$$

$$= \frac{\psi}{f_+} + \frac{\phi(f'_+ f_- - f_+ f'_-)}{f_+} \quad (5.36)$$

avec

$$\psi = J'_+ f_- f_+ - J'_- f_+^2 + J_+(f_+ f'_- - f'_+ f_-) \quad (5.37)$$

À partir de l'équation 5.36, on déduit qu'un arc singulier existe sur un intervalle de temps  $[t_1, t_2]$  si et seulement si  $\psi = 0$ .

De même que dans le cas#1, nous posons l'hypothèse 5.3.2 qui stipule que  $\psi$  admet une seule solution positive  $\bar{m}$ .

Sur l'arc singulier, le contrôle est constant et égal à  $\bar{u}$ . La valeur de  $\bar{u} \in [-1, 1]$ . L'expression de  $\bar{u}$  peut être déterminée à partir de l'équation 5.7 en prenant  $m = \bar{m}$  et  $\dot{m} = 0$  :

$$\bar{u} = -\frac{f'_-(\bar{m})}{f'_+(\bar{m})} \quad (5.38)$$

On a montré précédemment qu'il est optimal de filtrer à la fin du temps de fonctionnement. Par conséquent, s'il existe un arc singulier sur un intervalle de temps  $[t_1, t_2]$ , le contrôle  $u$  doit quitter l'arc singulier  $(\bar{m}, \bar{u})$  avec  $u = 1$  à un instant  $\bar{T} < T$ .

Comme dans le *cas#1*, l'expression de l'instant de commutation  $\bar{T}$  est donnée par l'équation 5.18. Elle est obtenue en intégrant vers l'arrière la dynamique de filtration entre l'instant final  $T$  et l'instant  $\bar{T}$ .

L'état final du colmatage de la membrane  $m(T) = \bar{m}(T)$  est déterminé à partir de l'équation 5.41.

En effet,  $\phi = 0$  sur l'arc singulier et ainsi l'Hamiltonien défini par l'équation 5.28 devient égal à :

$$H = \bar{\lambda}f_-(\bar{m}) + J_-(\bar{m}) \quad (5.39)$$

D'autre part, dans l'intervalle  $[\bar{T}, T]$ , le système fonctionne en filtration ( $u = 1$ ) et on  $\lambda(T) = 0$ . Ainsi, l'Hamiltonien au temps final  $T$  est égal à :

$$H = J(m_T) = J(\bar{m}_T) \quad (5.40)$$

Par conséquent,  $\bar{m}_T$  est la solution de l'équation 5.41 obtenue par égalité entre les deux équations 5.39 et 5.40 :

$$J(\bar{m}_T) = \bar{\lambda}f_-(\bar{m}) + J_-(\bar{m}) = -\frac{J_+(\bar{m})f_-(\bar{m})}{f_+(\bar{m})} + J_-(\bar{m}) \quad (5.41)$$

Les valeurs prises par le contrôle optimal  $u^*$  avant qu'il n'atteigne l'arc singulier ( $u = \bar{u}$ ) dépendent de l'état initial de la membrane et en particulier de la position de  $m_0$  par rapport à  $\bar{m}$ . En effet, en considérant l'hypothèse 5.3.2, on peut déduire que :

si  $\phi = 0$  avec  $m < \bar{m}$ , alors  $\dot{\phi} < 0$  (cf. équation 5.36) et on peut ainsi initier un cycle de filtration ( $u = 1$ ) jusqu'à  $m = \bar{m}$  ou  $t = T$  ;

$\phi = 0$  avec  $m < \bar{m}$ , alors  $\dot{\phi} < 0$  (cf. équation 5.36) et on peut initier un cycle de rétrolavage ( $u = -1$ ) jusqu'à  $m = \bar{m}$  ou  $t = \bar{T}$

Il reste à traiter maintenant le cas dans lequel on suppose que le flux de rétrolavage est variable et dépend de l'état de colmatage de la membrane.

### **Cas#3 : Filtration/Rétrolavage avec un flux de rétrolavage variable**

Dans ce cas, l'Hamiltonien associé au critère à maximiser (équation 5.8) et à la dynamique décrivant le système (équation 5.7) s'écrit comme suit :

$$H(m, \lambda, u) = \lambda f_-(m) + u[J(m) + \lambda f_+(m)] \quad (5.42)$$

où les expressions de  $f_-(m)$  et  $f_+(m)$  sont données respectivement par les équations 5.27 et 5.26.

La fonction de commutation  $\phi$  est définie dans ce cas par l'équation suivante :

$$\phi(m, \lambda) = J(m) + \lambda f_+(m) \quad (5.43)$$

En procédant de la même façon que dans le *cas#1* et le *cas#2*, nous avons constaté que la solution optimale du cas présent (*cas#3*) présente la même structure générale que dans le *cas#2* mais avec quelques différences dans les expressions de ses paramètres de contrôle.

Le temps de commutation vers le dernière cycle de filtration  $\bar{T}$  est exprimé de la même manière que dans les deux cas précédents par l'équation 5.18.

Le contrôle constant  $\bar{u}$  à appliquer sur l'arc singulier est défini de façon similaire au cas #2 par l'équation 5.38.

Toutefois, dans ce cas,  $\bar{m}$  est l'unique solution positive de l'équation 5.44 :

$$\psi = J' f_- f_+ + J(f_+ f'_- - f'_+ f_-) \quad (5.44)$$

La masse accumulée à la surface de la membrane au temps final  $T$  est la solution de l'équation suivante :

$$J(\bar{m}_T) = \bar{\lambda} f_-(\bar{m}) = -\frac{J_+(\bar{m}) f_-(\bar{m})}{f_+(\bar{m})} \quad (5.45)$$

## 5.4 Synthèse optimale

Cette section présente les principaux résultats découlant de l'application du PMP pour l'optimisation de différents systèmes de filtration membranaire.

La stratégie optimale de fonctionnement dans les trois cas étudiés (*cas#1*, *cas#2* et *cas#3*) présente la même structure générale. La seule différence réside dans les expressions analytiques des paramètres de contrôle  $\bar{m}$ ,  $\bar{u}$ ,  $\bar{T}$  et  $\bar{m}_T$ .

En somme, la solution optimale qui maximise la production nette d'un système de filtration membranaire fonctionnant à PTM constante sur un intervalle de temps  $[0, T]$  se résume comme suit :

$$u^*(t, m) = \begin{cases} 0 \text{ ou } -1 & \text{si } m > \bar{m} \text{ ou } t \geq \bar{T}, \\ \bar{u} & \text{si } m = \bar{m} \text{ et } t \leq \bar{T}, \\ 1 & \text{si } m < \bar{m}. \end{cases} \quad (5.46)$$

Dans un premier temps  $[0, t_e]$ , si la membrane est propre ( $m_0 < \bar{m}$ ) un cycle de filtration ( $u=1$ ) est initié jusqu'à ce que l'état du colmatage de la membrane  $m$  atteigne une valeur seuil  $\bar{m}$ . Dans le cas contraire, si la membrane est déjà colmatée ( $m_0 > \bar{m}$ ) au début de fonctionnement, il faut commencer par mettre en place un

cycle de lavage physique : relaxation ( $u = 0$ ) ou rétrolavage ( $u = -1$ ) selon le procédé afin de régénérer la membrane jusqu'à ce que  $m$  atteigne  $\bar{m}$ .

Dans un second temps  $[t_e, \bar{T}]$ , un contrôle constant dit "singulier" noté  $\bar{u}$  est appliqué afin de maintenir l'état de colmatage de la membrane  $m$  autour de  $\bar{m}$  jusqu'au temps  $\bar{T}$ . Le contrôle  $\bar{u}$  prend une valeur dans  $[0, 1]$  si le système fonctionne en alternant des cycles de filtration et de relaxation et dans  $[-1, 1]$  lorsque le procédé alterne des cycles de filtration et de rétrolavage.

Lorsque le temps  $\bar{T}$  est atteint, on termine par un cycle filtration jusqu'au temps final  $T$ .

Le colmatage de la membrane au cours de la filtration est inévitable. Cependant, la stratégie de contrôle optimal proposée maintient  $m$  autour d'une valeur "seuil"  $\bar{m}$  et permet ainsi d'atténuer les effets du colmatage sur la dégradation des performances du procédé.

C'est presque comme le concept de flux critique introduit par Field *et coll.* [70]. Le flux critique est défini comme le flux en dessous duquel le processus peut continuer à fonctionner sur de longues périodes avec un colmatage négligeable de la membrane.

**Remarque 5.4.1.** *Il est important de noter que les paramètres de contrôle  $\bar{m}$ ,  $\bar{m}_T$ ,  $\bar{u}$  et  $\bar{T}$  ne dépendent que des paramètres du modèle. En d'autres termes, ils peuvent être calculés une seule fois et le même contrôle optimal  $u^*$  peut être appliqué ensuite pour n'importe quelle condition initiale  $m_0$ .*

**Remarque 5.4.2.** *L'avantage de cette approche est de fournir une solution générique à partir des dynamiques définies uniquement par leurs propriétés qualitatives (cf. équations 5.1 à 5.3).*

*Toutes les valeurs des paramètres de contrôle  $\bar{m}$ ,  $\bar{m}_T$ ,  $\bar{u}$  et  $\bar{T}$  seront précisées ultérieurement pour des modèles de filtration spécifiques identifiés à partir de données expérimentales issues de différents procédés de filtration membranaire.*

**Remarque 5.4.3.** *Il convient également de noter que le temps total de fonctionnement  $T$  affecte uniquement la valeur de  $\bar{T}$ . En conséquence, si nous résolvons le problème pour un grand temps  $T$ , les valeurs des paramètres de contrôle restent inchangées comme pour un court temps  $T$ . Cependant, le dernier cycle de filtration se produit plus tard parce que la durée du premier et du dernier cycle ne change pas.*

**Remarque 5.4.4.** *La solution optimale présentée dans cette section ne peut pas être appliquée en pratique, car  $\bar{u}$  peut prendre des valeurs entre  $-1$  et  $1$  dans le cas des systèmes alternant des cycles de filtration et de rétrolavage et entre  $0$  et  $1$  dans ceux qui alternent des cycles de filtration et de relaxation.*

*Dans la section 5.5, ce problème est abordé et une approche d'approximation du contrôle  $\bar{u}$  est proposée pour adapter la solution analytique aux contraintes pratiques. Fondamentalement, le contrôle singulier  $\bar{u}$  est approché par une séquence de cycles de filtration ( $u = 1$ ) et de lavage physique (relaxation  $u = 0$  ou rétrolavage  $u = -1$  selon le procédé), de sorte que le colmatage  $m(t)$  reste proche de  $\bar{m}$  pendant l'intervalle de temps de l'arc singulier.*

## 5.5 Implementation pratique de la solution analytique

Le contrôle singulier  $\bar{u}$  n'a aucune signification physique puisqu'il peut prendre des valeurs différentes de 1, 0 et  $-1$ .

La question qui se pose maintenant est comment approximer le contrôle  $\bar{u}$  seulement par des cycles de filtration ( $u = 1$ ) et des cycles de lavage physique ( $u = 0$  pour relaxation ou  $u = -1$  pour rétrolavage) tel que  $m(t)$  reste toujours proche de  $\bar{m}$  durant l'arc singulier.

Cette approche est connue dans la littérature sous le nom de "chattering control". Le "chatteing control" consiste à commuter un nombre de fois entre les valeurs bornes de la variable de contrôle sur un horizon fini de temps [69, 71].

Bien que différentes stratégies puissent être proposées, dans une première approche, on considère que  $\bar{u}$  représente le pourcentage de temps passé en filtration sur un cycle de fonctionnement  $T_p$ , tel que :

$$\begin{cases} \bar{u} &= \frac{T_f}{T_p} \\ T_p &= \frac{T_{SA}}{N} = T_f + T_{reg} \end{cases} \quad (5.47)$$

avec

$T_f$  : le temps passé en filtration sur un cycle de fonctionnement ;

$T_p$  : le temps d'un cycle de fonctionnement ;

$T_{SA}$  : le temps d'un arc singulier ;

$T_{reg}$  : le temps passé dans la régénération de la membrane (soit par relaxation, soit par rétrolavage) sur un cycle de fonctionnement  $T_p$  ;

$N$  : le nombre de commutation effectué pour approximer l'arc singulier.

Cette dernière expression signifie que si  $\bar{u} = 1$ , alors tout le temps du cycle sera passé en filtration ( $T_f = T_p$ ), et si  $\bar{u} = -1$  (respectivement  $\bar{u} = 0$ ), alors tout le temps de cycle sera dépensé en rétrolavage (respectivement en relaxation).

## 5.6 Applications : cas d'études

### 5.6.1 Procédé qui alterne des cycles de filtration/relaxation : cas#1

Dans le but d'évaluer son efficacité, la solution générique proposée dans la section 5.4 est appliquée en simulation à un cas d'étude publié dans [60] et décrit brièvement dans la section 4.4. Ce cas d'étude correspond à un système de filtration alternant des cycles de filtration et de relaxation.

Le système de filtration considéré est simulé sous Matlab par un modèle mathématique spécifique décrivant ses dynamiques et vérifiant les hypothèses décrites dans 5.2.1. En d'autres termes, on attribue aux fonctions 5.1-5.3 définies seulement par leurs propriétés qualitatives dans la section 5.2.1 des équations spécifiques modélisant le cas étudié. Ces équations sont celles du modèle de Benyahia *et coll.* [60], telles que :

$$\dot{m} = f_1(m) = \delta J(m) A C_{tot} \quad (5.48)$$

$$\dot{m} = -f_2(m) = -\omega m \quad (5.49)$$

$$J(m) = \frac{PTM}{\mu (R_m + \alpha \frac{m}{A})} \quad (5.50)$$

Les valeurs des paramètres du modèle sont publiées dans [60] et résumées dans le tableau 4.1. On a choisi comme condition initiale  $m_0 = 10^{-3} g$  et un intervalle de temps de fonctionnement de 10 h.

Les paramètres de contrôle ( $\bar{m}$ ,  $\bar{T}$ ,  $\bar{u}$  et  $\bar{m}_T$ ) sont calculés sous MATLAB en remplaçant  $f_1$ ,  $f_2$  et  $J$  par leurs expressions (c.-à-d. les équations 5.48 -5.50) dans les équations de la synthèse optimale (dans l'équation 5.15 pour déterminer  $\bar{m}$ , dans l'équation 5.17 pour calculer  $\bar{u}$ , dans l'équation 5.18 pour calculer  $\bar{T}$  et dans l'équation 5.19 pour déterminer  $\bar{m}_T$ ).

Les valeurs obtenues des paramètres de contrôle sont données dans le tableau 5.1

Tableau 5.1 – Valeurs des paramètres du contrôle dans le *cas#1*

Les paramètres du contrôle	Cas#1	Unités
$\bar{m}$	52,5	$g.m^{-2}$
$\bar{u}$	0,74	—
$\bar{m}_T$	105	$g.m^{-2}$
$t_e$	0,1	$h$
$\bar{T}$	9,86	$h$

La solution optimale correspondante au système modélisé est représentée dans la figure 5.1. La membrane à  $t = 0$  est considérée propre puisque  $m_0 = 10^{-3} g$  est inférieure à  $\bar{m} = 52,5 g.m^{-2}$ . Par conséquent, le système fonctionne dans un premier temps en filtration. À  $t = 6 minutes$ , la masse accumulée à la surface de la membrane  $m(t)$  atteint  $\bar{m}$  et c'est à ce moment-là que le contrôle singulier  $\bar{u}$  est appliqué jusqu'à ce que le temps devienne égal à  $\bar{T}$ .

La valeur de  $\bar{u}$  dans ce cas d'étude est égale à 0,74 et  $\bar{T}$  correspond à 9,86 heures. Pendant l'intervalle du temps  $[t_e, \bar{T}]$  correspondant à l'arc singulier, la masse du

gâteau  $m$  est maintenue égale à  $\bar{m}$ . Le dernier cycle de filtration est mis en place lorsque  $t = \bar{T}$  et sa durée totale est de 8,4 minutes. Le premier et le dernier cycle sont courts par rapport au temps passé sur l'arc singulier défini par  $m(t) = \bar{m}$ . Par conséquent, on déduit que pour réduire le colmatage de la membrane, il est important que l'état  $m(t)$  atteigne  $\bar{m}$  le plus rapidement possible et y reste le plus longtemps possible.

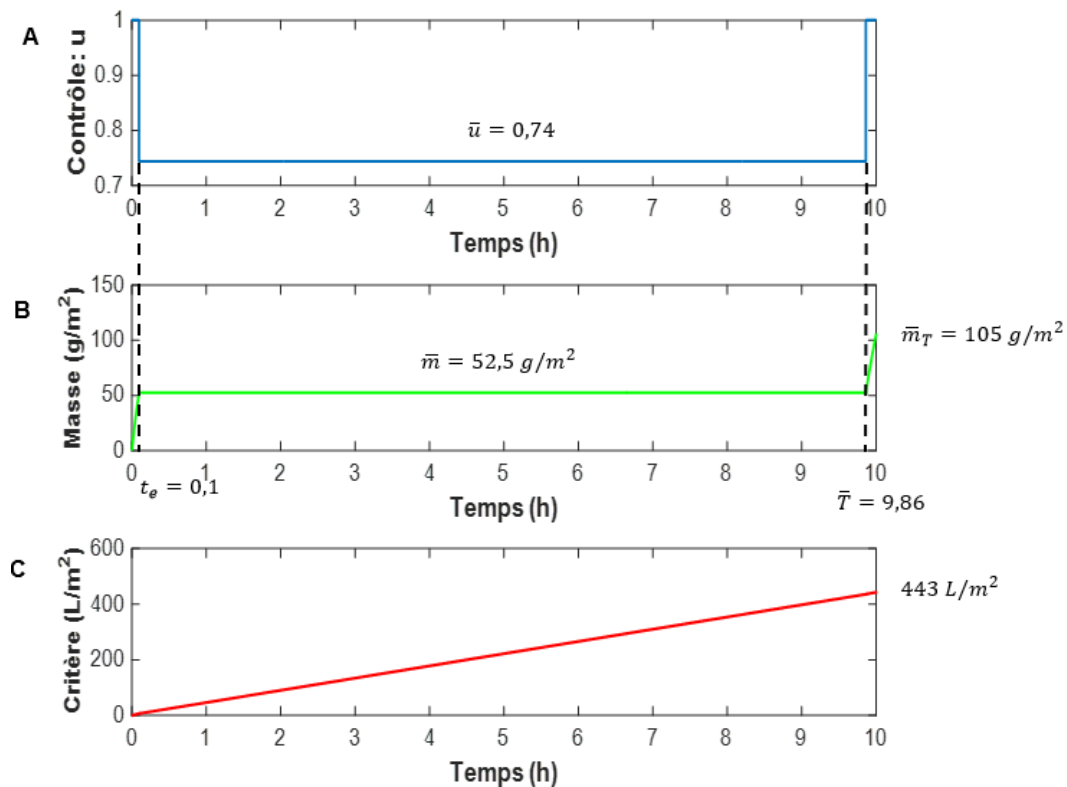


FIGURE 5.1 – *Cas#1* : (A) la stratégie optimale de fonctionnement sur  $T$ ; (B) la masse accumulée sur la surface de la membrane; (C) Le volume produit par unité de surface sur  $T$

L'application en simulation de la solution optimale au procédé de filtration étudié conduit à une production nette par unité de surface sur 10 heures de fonctionnement de  $443 \text{ L.m}^{-2}$ .

Par ailleurs, dans leurs travaux, Benyahia *et coll.* ont proposé une stratégie de fonctionnement qui alterne 2 heures de filtration et 5 minutes de relaxation et qui ne produit que  $254 \text{ L.m}^{-2}$  sur 10 heures de fonctionnement.

Par conséquent, la stratégie optimale améliore significativement la production nette du procédé en comparaison à une "stratégie classique" (cf. figure 5.2) : une augmentation de 74 % de la production totale du procédé est observée en appliquant la stratégie optimale.

Toutefois, comme il a été mentionné dans la section 5.5, la solution optimale telle qu'elle est définie ne peut pas être appliquée en pratique, car  $\bar{u}$  n'a pas une signification physique. Pour cela, on va appliquer l'approche définie par l'équation 5.47 afin d'approximer  $\bar{u}$  par des cycles de filtration et de relaxation. La figure 5.3 montre que lorsqu'on approche l'arc singulier par  $N = 20$  commutations entre filtration et relaxation, le volume net produit s'approche du niveau de la production optimale.

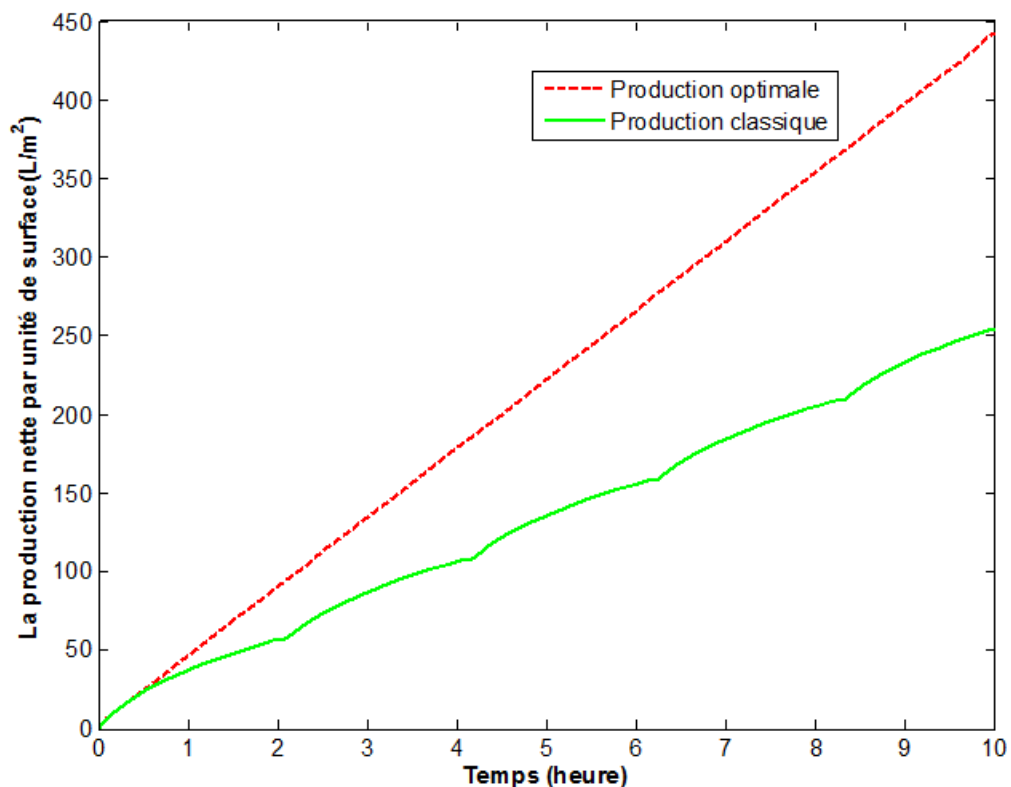


FIGURE 5.2 – *Cas#1* : Comparaison de la production nette : la stratégie classique (ligne verte continue) VS la stratégie optimale (ligne rouge pointillée)



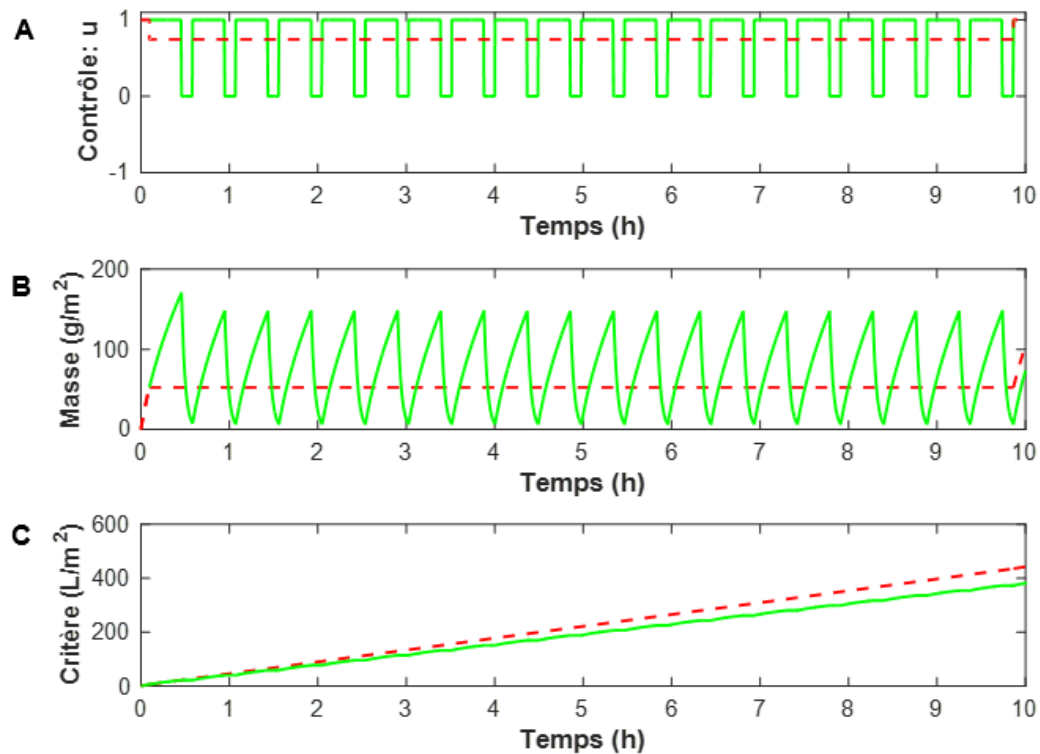


FIGURE 5.3 – *Cas#1* : Exemple de stratégie adaptée par un nombre de cycles  $N = 20$  à appliquer sur l'arc singulier. La ligne rouge pointillée correspond à la stratégie optimale théorique, la ligne verte continue correspond à la stratégie adaptée qui se rapproche de la solution de contrôle optimale. (A) la séquence de contrôle sur  $T$ ; (B) la masse de la couche de gâteau sur la surface de la membrane sur  $T$ ; (C) Le volume net produit par surface de membrane sur  $T$ .

Néanmoins, il convient de déterminer l'impact de l'augmentation de la fréquence de commutation sur les performances du contrôle tout en gardant le pourcentage de temps de filtration sur un cycle de fonctionnement (c'est-à-dire  $\bar{u}$ ) constant. Pour ce faire, nous avons fait varier le nombre de cycles  $N$  entre 2 et 100 et nous avons tracé la production nette par unité de surface sur  $T = 10$  heures en fonction de  $N$ .

La figure 5.4 montre que lorsque le nombre de cycle  $N$  augmente, la moyenne de la masse accumulée à la surface de la membrane tend vers  $\bar{m}$  et la production nette sur 10 heures de fonctionnement s'améliore et tend vers la valeur de la production optimale lorsque  $N = 100$ . En d'autres termes, plus la masse du colmatage est proche de  $\bar{m}$  sur l'arc singulier, meilleure est la production du système.

Il est essentiel de souligner que même avec un nombre limité de cycle  $N$  (inférieur à 10, cf. la figure 5.4), les performances sont nettement meilleures (augmentation d'environ 20 % de la production nette) que celles de la "stratégie classique".

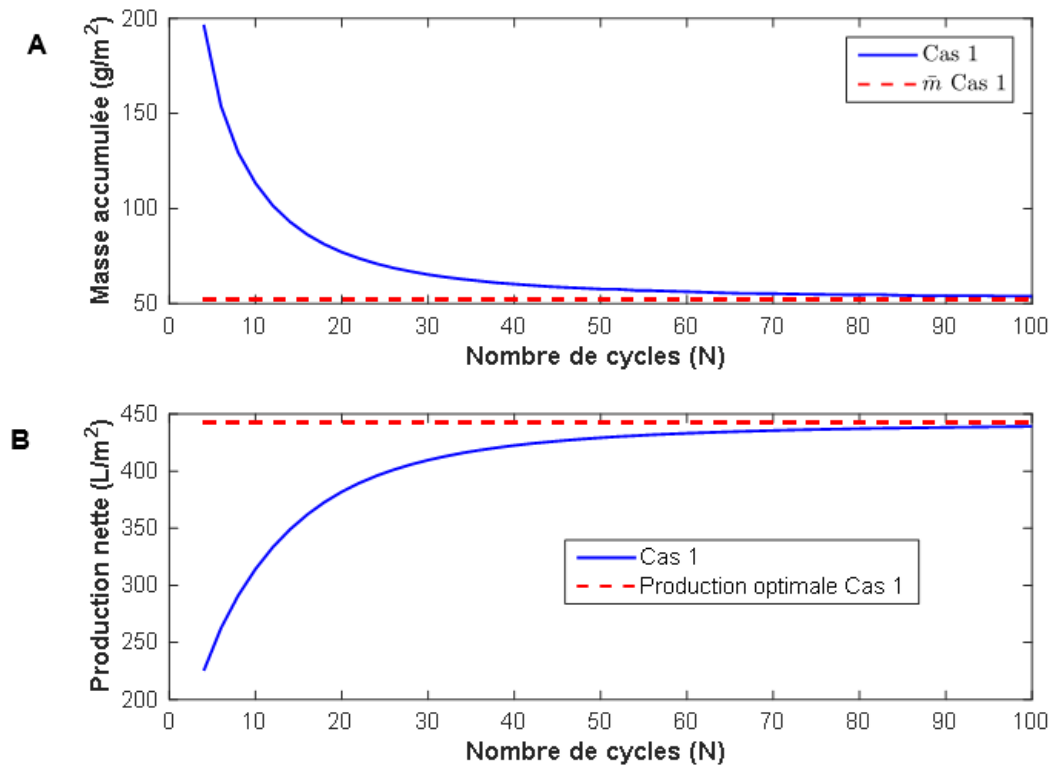


FIGURE 5.4 – *Cas#1* : (A) L'évolution de la moyenne de la masse accumulée sur la surface de la membrane sur 10 heures de fonctionnement en fonction de nombre de cycles de relaxation  $N$  appliqué sur l'arc singulier ; (B) L'évolution de la production nette par unité de surface de la membrane sur 10 heures de fonctionnement en fonction de nombre de cycles de rétrolavage  $N$  appliqué sur l'arc singulier

### 5.6.2 Procédé qui alterne des cycles de filtration/rétrolavage : *cas#2* et *cas#3*

Dans cette section, l'efficacité de la solution optimale (*c.f* section 5.4) est testée sur des procédés de filtration membranaire dans lesquels la membrane est régénérée par des cycles de rétrolavage.

Pour ce faire, nous considérons le cas d'étude publié dans le travail de Xia *et coll.*(2008) [72]. Dans ce travail, les auteurs ont étudié les performances d'une membrane d'ultrafiltration fibres creuses dans le traitement d'eau de réservoirs pour la production d'eau potable. À cette fin, des tests spécifiques ont été menés pour évaluer la variation du flux de perméat en fonction de différents paramètres de fonctionnement. Les auteurs ont montré que la mise en place d'un cycle de rétrolavage pendant 40 secondes après un cycle de filtration de 60 minutes peut rétablir le flux initial. L'eau filtrée a été utilisée pour rétro-laver la membrane.

Les performances de la stratégie proposée par Xia *et coll.*(2008) sont comparées

à celles obtenues en appliquant notre stratégie optimale. Désormais, nous nous référons à la stratégie de Xia *et coll.* par la "stratégie classique".

Afin de pouvoir appliquer la stratégie optimale au système de filtration de Xia *et coll.*, ce dernier doit être modélisé et simulé sous Matlab.

### Modèle mathématique

De nouveau, le modèle de Benyahia *et coll.* a été considéré afin de simuler le système de filtration de Xia *et coll.* En outre, tout autre modèle peut être utilisé à condition qu'il réponde aux hypothèses générales formulées dans la section 5.2.1. Le modèle de filtration de Benyahia *et coll.* sera présenté dans cette section sous une forme simplifiée en fonction des paramètres  $b$ ,  $d$ ,  $e$ ,  $a_1$  et  $a_2$ . La signification physique de ces paramètres par rapport aux fonctions correspondantes est présentée dans le tableau 5.2. Les équations 5.48 et 5.50 peuvent s'écrire comme suit :

$$\dot{m} = f_1(m) = \frac{b}{e + m} \quad (5.51)$$

$$J(m) = \frac{d}{e + m} \quad (5.52)$$

Lorsque le flux du rétrolavage est constant (*cas#2*), la masse se détache de la surface de la membrane en fonction du flux de rétrolavage,  $J_{BW}$  ( $m^3.m^{-2}.h^{-1}$ ), et la résistance des colmatants au détachement,  $\omega_{BW}$  ( $m^{-1}$ ), tel que :

$$\dot{m} = -f_2(m) = -\omega_{BW} J_{BW} m = -a_1 m \quad (5.53)$$

Dans l'autre cas, lorsque le flux de rétrolavage dépend de l'état de colmatage de la membrane (*cas#3*), l'élimination de la matière de la surface de la membrane est décrite par :

$$\dot{m} = -f_2(m) = -\omega_{BW} J(m) m = -a_2 \frac{d}{e + m} m \quad (5.54)$$

Dans la section suivante, les valeurs des paramètres du modèle sont estimées à partir des données du flux publiées dans le travail de Xia *et coll.*(2008) [72] afin d'évaluer les paramètres de la solution optimale  $(\bar{m}, \bar{T}, \bar{u})$  dans les deux cas considérés (*cas#2* et *cas#3*).

Tableau 5.2 – Signification physique des paramètres du modèle dans le *cas#2* (flux de rétrolavage constant) et dans le *cas#3* (flux de rétrolavage variable)

Les paramètres du modèle	Expressions	Unités
$b$	$\frac{TMP A^2 C_{tot}}{\mu \alpha}$	$g^2.h^{-1}$
$e$	$\frac{R_m A}{\alpha}$	$g$
$d$	$\frac{TMP A}{\mu \alpha}$	$g.m.h^{-1}$
$a_1$	$\omega_{BW} J_{BW}$	$h^{-1}$
$a_2$	$\omega_{BW}$	$m^{-1}$

### Identification des paramètres

Les données de variation du flux ont été extraites en utilisant le logiciel gratuit "WebPlotDigitizer" à partir d'un graphique décrivant la variation du flux de perméat sur un intervalle de temps donné publié dans [72].

WebPlotDigitizer est un outil simple utilisé pour identifier et extraire les coordonnées de chaque point d'une image téléchargée d'un graphique. L'extraction des points de données se fait après l'étalonnage des axes des abscisses et des ordonnées en fournissant au logiciel quatre points de valeurs connues sur les deux axes. Évidemment, les données numériques extraites peuvent être un peu biaisées, mais ce qui est important, c'est que le modèle reproduit les dynamiques globales du système.

Dans chaque cas (*cas#2 et #3*), les données extraites sont utilisées pour trouver l'ensemble optimal des valeurs des paramètres du modèle de Benyahia *et coll.* qui les reproduisent le mieux.

L'optimisation des paramètres du modèle a été réalisée à l'aide de la fonction d'optimisation `FminSearch` de MATLAB de telle sorte que les données simulées correspondent au mieux aux données extraites en minimisant un critère de moindres carrés. Comme la seule différence entre les deux cas d'étude (*cas#2 et cas#3*) est la dynamique du rétrolavage, les paramètres de la dynamique de filtration sont les mêmes dans les deux cas.

Les valeurs optimales des paramètres du modèle (c'est-à-dire  $b, e, d, a_1, a_2$ ) pour les cas *#2 et #3* sont reportées dans le tableau 5.3.

Cet ensemble de paramètres est utilisé dans toutes les simulations numériques de la solution optimale. Le calage entre les données expérimentales extraites de [72] et les résultats des simulations dans le *cas#2* et le *cas#3* est représenté respectivement sur les figures 5.5 et 5.6.

Malgré sa simplicité, le modèle reproduit d'une manière satisfaisante les données expérimentales dans les deux cas. Afin d'évaluer la qualité de l'ajustement, le coefficient de détermination  $R^2$  est calculé.

Dans les deux cas,  $R^2$  est supérieur à 88 % : il est égal à 90 % dans le *cas#2* et à 88,2 % dans le *cas#3*.

Tableau 5.3 – Valeurs des paramètres du *cas#2 et #3* qui reproduisent le mieux les données du flux publiées dans [72]

Les paramètres du modèle	Valeurs	Unités
$b$	490	$g^2.h^{-1}$
$e$	18	$g$
$d$	4126	$g.m.h^{-1}$
$a_1$	92	$h^{-1}$
$a_2$	0,64	$m^{-1}$

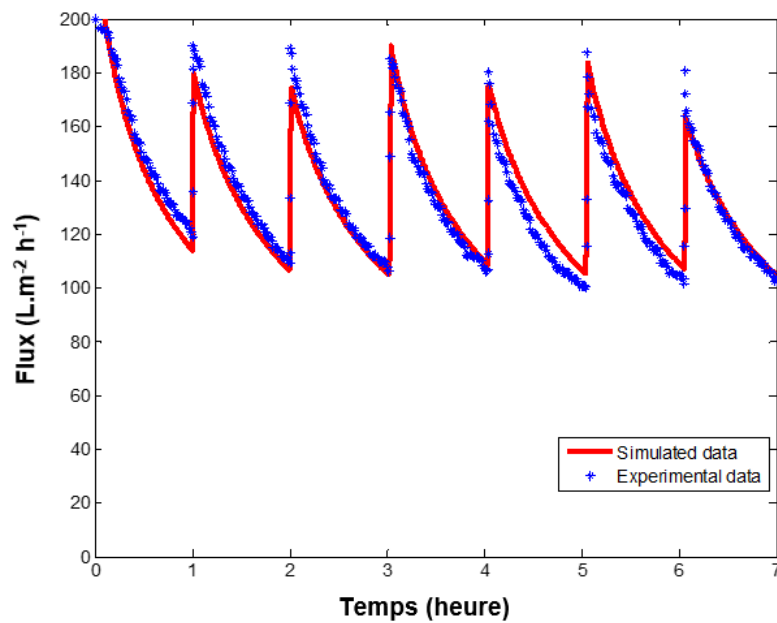


FIGURE 5.5 – Calage du modèle dans le *cas#2* sur les données expérimentales extraites de [72]

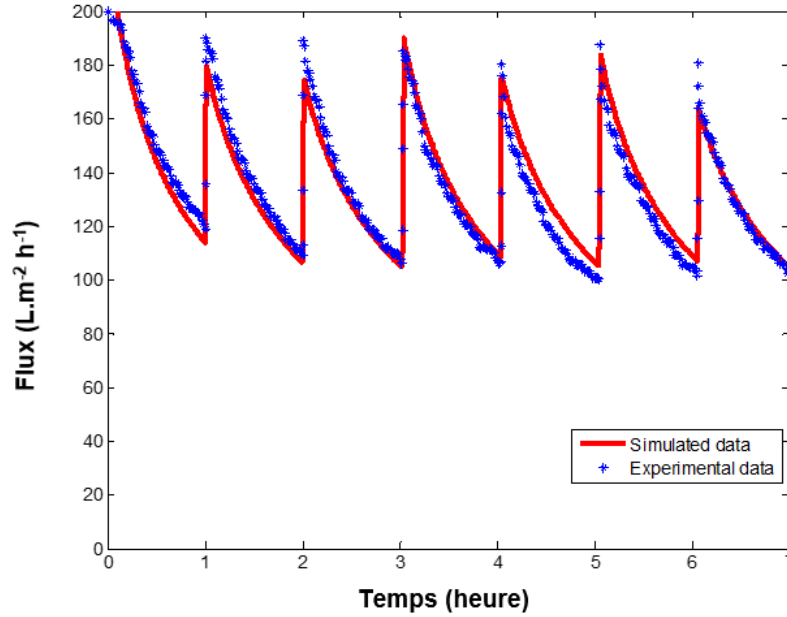


FIGURE 5.6 – Calage du modèle dans le *cas#3* sur les données expérimentales extraites de [72]

### Résultats d'optimisation

En se basant sur les résultats de la section 5.4 et en considérant le modèle identifié, les paramètres de contrôle de la solution optimal correspondante à chaque cas (*cas#2* et *cas#3*) sont calculés et représentés dans le tableau 5.4).

Tableau 5.4 – Valeurs des paramètres du contrôle dans le *cas#2* et #3

Les paramètres du contrôle	<i>Cas#2</i>	<i>Cas#3</i>	Unités
$\bar{m}$	7,8	5	$g.m^{-2}$
$\bar{u}$	0,9	0,87	—
$\bar{m}_T$	12,4	10,4	$g.m^{-2}$
$t_e$	0,18	0,11	$h$
$T$	6,87	6,86	$h$

En considérant dans chacun de ces deux cas le modèle comme un «processus virtuel», nous pouvons maintenant choisir n'importe quelle condition initiale et appliquer la solution optimale.

Les simulations ont été effectuées en utilisant MATLAB en considérant comme condition initiale  $m(0) = 0$  et pendant une période de temps  $T$  de 7 heures. Dans le *cas#2*, le flux de rétrolavage est deux fois le flux initial de perméat.

Les figures 5.7 et 5.8 montrent respectivement la solution de contrôle optimal dans le *cas#2* lorsque le flux de rétrolavage est considéré constant et dans le *cas#3*

lorsque le flux du rétrolavage est fonction de la masse détachée.

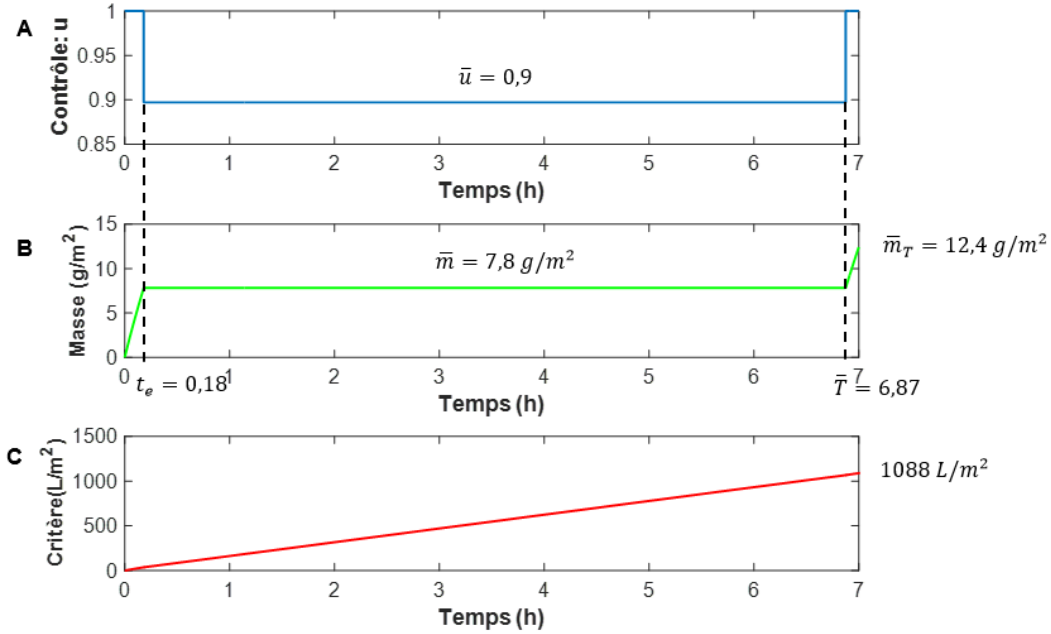


FIGURE 5.7 – *Cas#2* (flux de rétrolavage constant) : (A) La stratégie de fonctionnement optimale pendant  $T$  ; (B) La correspondante masse accumulée sur la surface de la membrane durant  $T$  ; (C) Le correspondant volume produit par unité de surface de la membrane

Dans les deux cas, puisqu'au départ la membrane est considérée propre ( $m(0) = 0$ ), les deux systèmes de filtration fonctionnent en filtration ( $u = 1$ ) pendant environ 11 *minutes* dans le *cas#2* et 6 *minutes* dans le *cas#3* avant que le colmatage atteigne  $\bar{m}$ . Le premier cycle de filtration dure plus longtemps dans le *cas#2* que dans le *cas#3* parce que, comme le montre le tableau 5.4, la valeur de  $\bar{m}$  est plus grande dans le *cas#2* que dans le *cas#3*.

Ensuite, le contrôle  $u$  devient égal à  $\bar{u} = 0,9$  dans le *cas#2* et à  $\bar{u} = 0,87$  dans le *cas#3*. Dans les deux cas, le contrôle singulier  $\bar{u}$  est positif et proche de 1.

Lorsque  $\bar{u}$  est appliqué, la masse de la couche de gâteau est maintenue constante et égale à  $\bar{m}$ . Le dernier cycle de filtration dure 7 *minutes* dans le *cas#2* et 8 *minutes* dans le *cas#3*.

Nous notons que la plupart du temps de fonctionnement est passé sur l'arc singulier défini par  $m(t) = \bar{m}$ . Par conséquent, pour réduire le colmatage de la membrane, il est important que l'état  $m$  atteigne  $\bar{m}$  le plus rapidement possible et y reste le plus longtemps possible.

Lors de l'application de la "stratégie classique" de Xia *et coll.*, la production nette d'eau du système sur 7 heures de fonctionnement est de  $918,32 L.m^{-2}$ . Comme prévu, la stratégie optimale a significativement amélioré la production nette du pro-

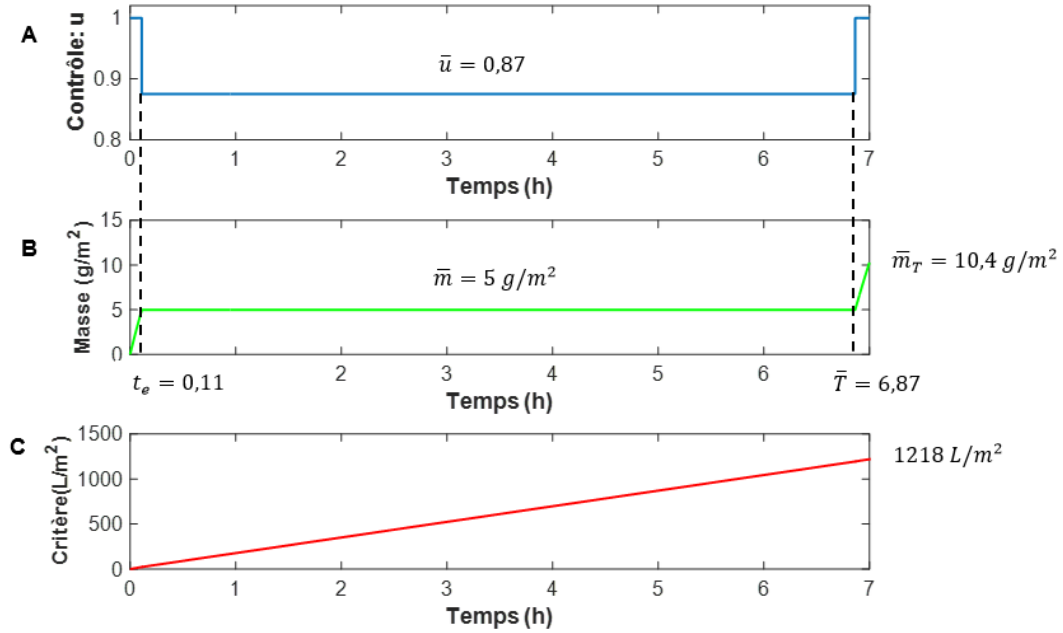


FIGURE 5.8 – *Cas#3* (flux de rétrolavage variable) : (A) La stratégie de fonctionnement optimale pendant  $T$ ; (B) La correspondante masse accumulée sur la surface de la membrane durant  $T$ ; (C) Le correspondant volume produit par unité de surface de la membrane

cedé de filtration membranaire dans les deux cas (Figure 5.9) :

D'une part, lorsque le flux de rétrolavage est constant (*cas#2*), la solution optimale améliore la production nette par unité de surface de 18,5 % par rapport à la "stratégie classique". D'autre part, lorsque le flux de rétrolavage dépend du colmatage de la membrane (*cas#3*), la solution optimale conduit à une amélioration de la production nette sur 7 heures de fonctionnement de 33 % en comparant à la "stratégie classique".

Toutefois, un contrôle différent de 1 (filtration) et  $-1$  (rétrolavage) n'a pas une signification physique. L'objectif maintenant est d'approximer  $\bar{u}$  de sorte que  $m(t)$  reste proche de  $\bar{m}$  pendant l'intervalle de temps correspondant à l'arc singulier. Pour ce faire, nous procédons comme décrit dans la section 5.5 par l'équation 5.47.  $T_{reg}$  dans ce cas correspond au temps de rétrolavage de la membrane c'est-à-dire  $T_{BW}$ .

Le but est de déterminer le nombre de commutation  $N$  entre filtration et rétrolavage qui permet de garder  $m$  aux alentours de  $\bar{m}$ .



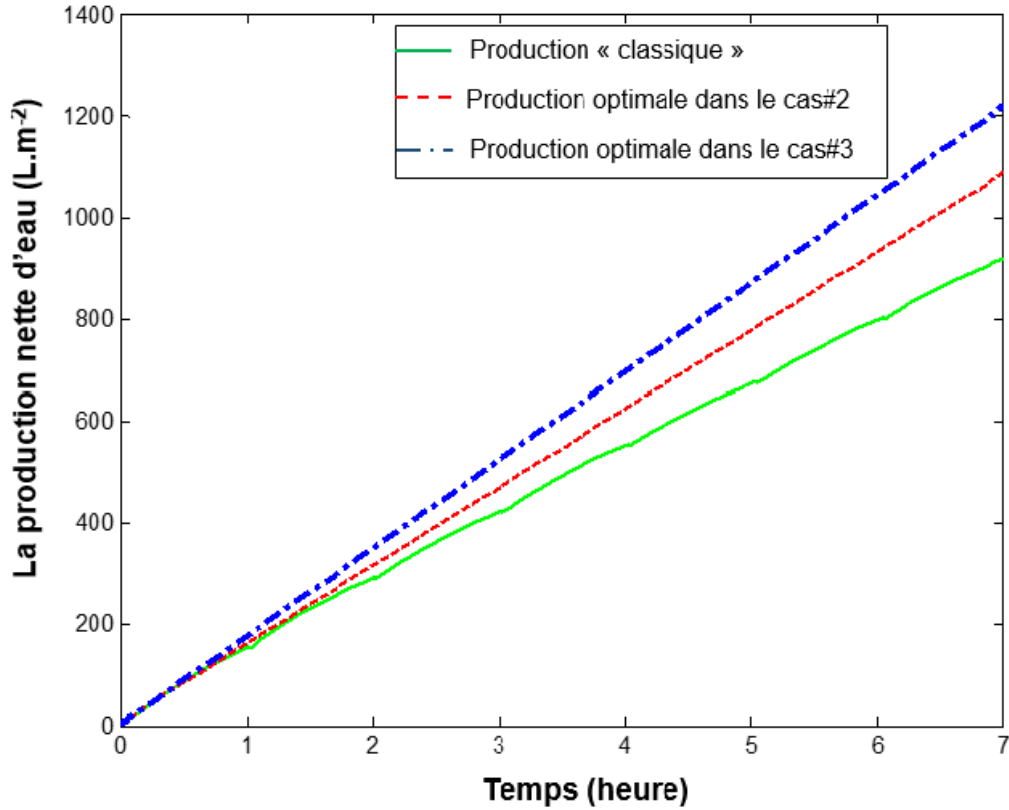


FIGURE 5.9 – Comparaison de la production nette par unité du surface de la membrane pendant  $T$  de la stratégie publiée dans [72] et celles du *cas#2* et du *cas#3*

Dans un premier temps, nous choisissons aléatoirement  $N = 20$ . Les figures 5.10 et 5.11 montrent que, dans les deux cas, en appliquant  $N = 20$  *cycles*, la masse moyenne accumulée sur la surface de la membrane est relativement proche de  $\bar{m}$  et le volume net produit se rapproche de la production optimale.

Les résultats de la variation du nombre de cycles  $N$  entre 2 et 100 sont présentés dans la figure 5.12. Ces résultats montrent qu'en augmentant le nombre de commutations  $N$ , la masse de la couche de gâteau tend vers  $\bar{m}$  et la production nette du procédé sur  $T = 7$  heures est significativement améliorée : pour  $N = 100$ , elle atteint une valeur très proche de la production optimale. Il convient de noter que même avec un petit  $N$  ( $10 < N < 20$ ), la masse moyenne accumulée sur la surface de la membrane n'est pas trop éloignée de  $\bar{m}$  (cf. figure 5.12).

De plus, nous avons remarqué que des valeurs de  $N$  très grandes ne conduisent pas forcément à un gain plus important dans la production nette du système : 98 % de la production optimale est atteinte pour  $N = 30$  cycles de 13 *minutes* dans le *cas#2* et  $N = 40$  cycles de 10 *minutes* dans le *cas#3*. Par ailleurs, si la fréquence de commutation devient trop importante, les risques d'usure des pompes de perméation augmentent.

Il va donc de soi que le contrôle optimal appliqué en pratique est un compromis entre le nombre de commutations et les contraintes pratiques liées à l'utilisation des

pompes.

Une question reste tout de même ouverte : existe-t-il une stratégie d'approximation meilleure que celle considérée dans ce travail (section 5.5).

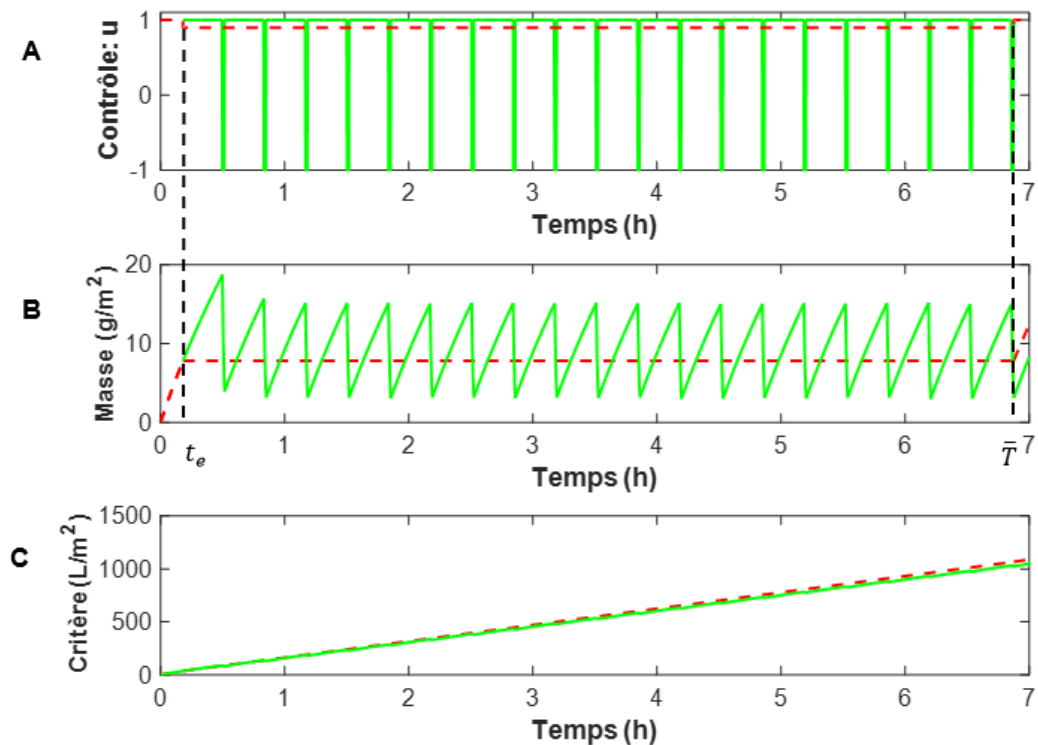


FIGURE 5.10 – *Cas#2* (flux de rétrolavage constant) : exemple de la stratégie optimale adaptée en appliquant  $N = 20$  cycles sur l'arc singulier. La stratégie théorique est représentée en ligne verte continue et la stratégie adaptée en ligne rouge discontinue. (A) La stratégie de fonctionnement pendant  $T$ ; (B) La correspondante masse accumulée sur la surface de la membrane durant  $T$ ; (C) Le correspondant volume produit par unité de surface de la membrane.

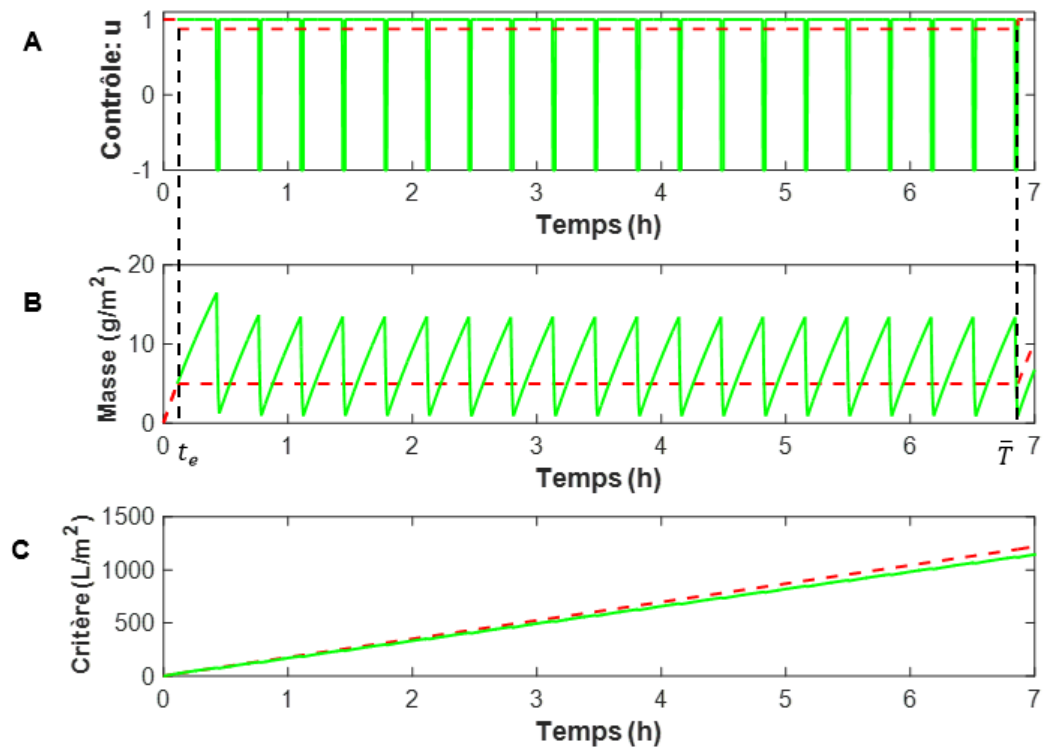


FIGURE 5.11 – *Cas#3* (flux de rétrolavage constant) : exemple de la stratégie optimale adaptée en appliquant  $N = 20$  cycles sur l'arc singulier. La stratégie théorique est représenté en ligne vert continue et la stratégie adaptée en ligne rouge discontinue. (A) La stratégie de fonctionnement pendant  $T$ ; (B) La correspondante masse accumulée sur la surface de la membrane durant  $T$ ; (C) Le correspondant volume produit par unité de surface de la membrane.

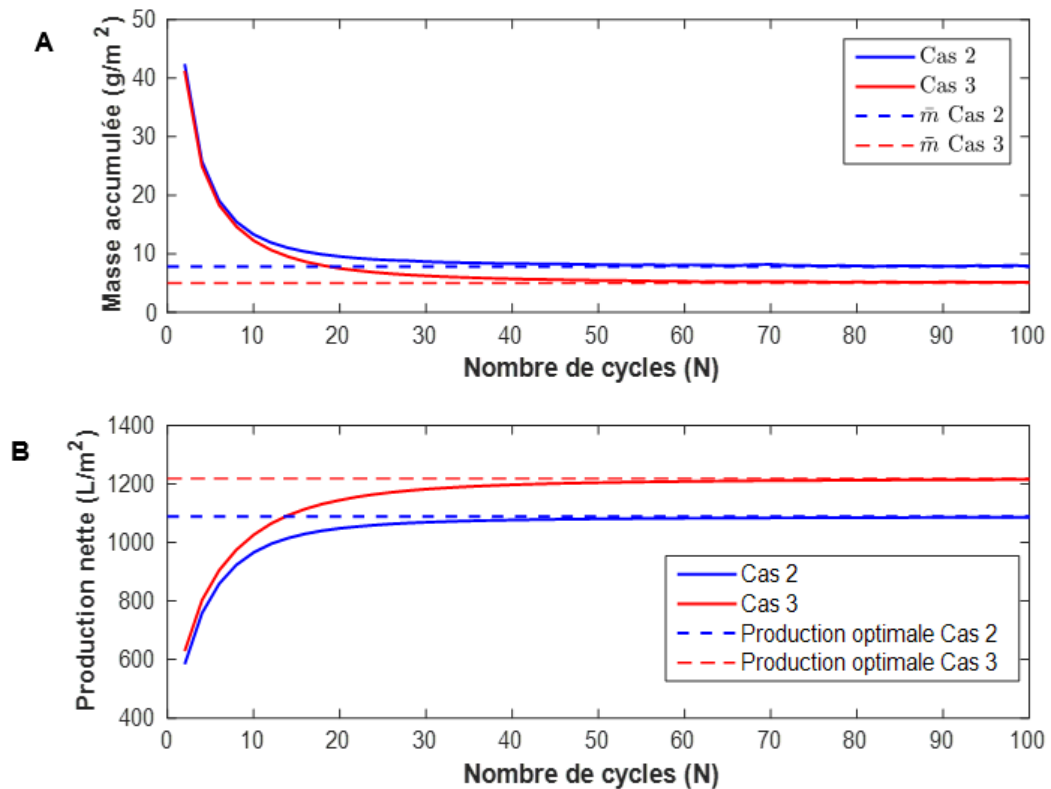


FIGURE 5.12 – (A) L'évolution de la moyenne de la masse accumulée sur la surface de la membrane sur 7 heures de fonctionnement en fonction de nombre de cycles de rétrolavage  $N$  appliqué sur l'arc singulier ; (B) L'évolution de la production nette par unité de surface de la membrane sur 7 heures de fonctionnement en fonction de nombre de cycles de rétrolavage  $N$  appliqué sur l'arc singulier

## 5.7 Analyse de robustesse de la solution optimale

Cette section étudie le comportement de la solution optimale proposée par rapport aux incertitudes du modèle.

La robustesse fait référence à la capacité du contrôle optimal à maintenir la solution proche de l'optimum en présence des perturbations et/ou des incertitudes sur les paramètres du modèle.

Il est évident que les erreurs de modélisation ainsi que les perturbations dans les procédés réels de filtration membranaire sont inévitables. Ils peuvent conduire à une divergence importante entre les variables réelles et simulées.

La modélisation des systèmes de séparation membranaire pose certaines difficultés en raison de la nature non mesurable du colmatage de la membrane ce qui rend difficile l'identification correcte des paramètres du modèle.

Les perturbations dans un processus réel de filtration peuvent être attribuées à des variations de la qualité de l'alimentation, de la pression appliquée ou des propriétés

de la membrane, qui peuvent toutes affecter un modèle en temps réel.

En conséquence, il est important d'évaluer les performances d'un contrôle synthétisé avec des paramètres du modèle spécifiques lorsqu'il est appliqué à un processus avec des dynamiques légèrement différentes.

Pour ce faire, l'approche suivante a été considérée :

Nous commençons par introduire des biais aléatoires de  $\pm 20\%$  dans les paramètres du modèle afin de générer un ensemble de systèmes perturbés. Ensuite, la solution optimale calculée en utilisant les paramètres du système nominal, est appliquée aux systèmes perturbés.

Pour mesurer la robustesse, nous calculons l'écart de la production nette de chaque système perturbé par rapport à la production optimale (*càd* la production du système nominal), selon l'indice suivant :

$$\gamma(\%) = \frac{L_p - L_{opt}}{L_{opt}} * 100 \quad (5.55)$$

avec :

$\gamma$  : le pourcentage d'écart par rapport à la production nette optimale par unité de surface de la membrane.

$L_p$  : la production nette optimale par unité de surface de la membrane.

$L_{opt}$  : la production nette par unité de surface de la membrane du système perturbé.

Dans le tableau 5.5,  $a_k$  dénote dans le *cas#1*  $a_0$  qui correspond à l'efficacité de la relaxation  $\omega$ . Dans le *cas#2* et le *cas#3*, il dénote respectivement  $a_1$  et  $a_2$  dont les définitions ainsi que les définitions des autres paramètres ( $b$ ,  $e$  et  $d$ ) sont données dans le tableau 5.2.

Tableau 5.5 – Résultats de l'étude de robustesse

Paramètres du modèle biaisé	Minimum de $\gamma(\%)$			Maximum de $\gamma(\%)$		
	<i>cas#1</i>	<i>cas#2</i>	<i>cas#3</i>	<i>cas#1</i>	<i>cas#2</i>	<i>cas#3</i>
$b \pm 20\% b$	-4,7	-3,5	-2,6	5,6	3,97	2,8
$e \pm 20\% e$	-9	-13,6	-14,6	10,5	17,1	20,8
$a_k \pm 20\% a_k \quad k = \{0, 1, 2\}$	-5,6	-4	-3,1	4,5	3	2,2
$d \pm 20\% d$	-19,9	-22,5	-22,5	19,9	22,5	22,6

Sur 1000 itérations, les résultats présentés dans ce tableau (tableau 5.5) montrent que si les perturbations sont dans les paramètres  $a_0$ ,  $a_1$ ,  $a_2$  et  $b$ , l'écart de la production nette d'eau par rapport à la production optimale ne dépasse jamais 5 % en valeur absolue.

Cependant, lorsque les perturbations se produisent dans les paramètres  $d$  et  $e$  qui interviennent directement dans l'équation du flux de perméat, les divergences entre les productions des systèmes nominaux (sans perturbations) et perturbés deviennent plus importantes.

L'écart le plus élevé est d'environ 22,5 % (en valeur absolue) et il est observé dans les *cas#2* et *cas#3* lorsque le paramètre  $d$  est perturbé.

Par ailleurs, si les perturbations sont introduites dans le paramètre  $e$ , la divergence de la production varie de  $-9\%$  à  $10,5\%$  dans le *cas#1*, de  $-13,6\%$  à  $17\%$  dans le *cas#2* et de  $-14,65\%$  à  $20,8\%$  dans le *cas#3*.

Ces résultats montrent que la divergence du système peut être du même ordre de grandeur que l'erreur introduite. Par conséquent, un grand soin doit être pris lors de l'identification des paramètres du modèle.

## 5.8 Discussions

Dans les procédés réels de filtration membranaire, les mécanismes du colmatage sont multiples et complexes. La contribution de chaque mécanisme dans la dégradation des performances des systèmes de filtration dépend des interactions membrane-particules et particules-particules qui sont liées aux propriétés de la membrane (matériau de la membrane, taille des pores, distribution des tailles des pores, hydrophobicité de la membrane) et des particules, des caractéristiques de l'effluent (type, colmatants organiques et inorganiques, taille et concentration des particules), des conditions opératoires (débit, température, pression, pH), du mode de filtration (filtration tangentielle ou frontale), etc.

La nouveauté du présent travail réside dans le caractère générique de la solution optimale. En particulier, la structure générale de la solution optimale est la même quel que soit le mécanisme de colmatage considéré pourvu que ses dynamiques vérifient les hypothèses définies par les équations 5.1-5.3.

Un autre point important à noter est que nous n'avons pas réellement besoin de mesurer l'état du colmatage de la membrane  $m$  ni pour identifier les paramètres du modèle mathématique ni pour appliquer le contrôle optimal.

Concernant l'identification du modèle, la mesure du flux de perméat suffit pour caractériser les dynamiques de filtration et de lavage physique de la membrane (fonctions  $f_1$ ,  $f_2$  et  $J$ ).

Concernant le contrôle, il existe plusieurs façons d'appliquer le contrôle sur un processus réel. Pour obtenir les meilleurs résultats, le contrôle doit être appliqué en boucle fermée (cf. figure 5.13). Cependant, le contrôle en boucle fermée nécessite la mesure de  $m$  qui n'est pas réalisable dans la pratique. Cette limitation pourrait être surmontée par la mesure en ligne du flux de perméat qui permet de déterminer la valeur instantanée de  $m$  en utilisant la fonction du flux de perméat  $J(m)$  définie par l'équation 5.50.

Une autre possibilité consiste à appliquer la commande en boucle ouverte (cf. figure 5.13) sans aucune rétroaction (c'est-à-dire sans la connaissance en ligne de  $m$ ).

Dans ce cas, il suffit de déterminer la valeur initiale de  $m$  à partir du flux initiale. Si la membrane est propre au début de l'expérience, l'utilisateur doit s'appuyer sur le modèle identifié pour savoir exactement combien de temps il doit appliquer  $u = 1$

(le premier cycle de filtration) pour atteindre  $m = \bar{m}$  et ensuite alterner un nombre déterminé de cycles de filtration et lavage physique. Si la membrane n'est pas propre et  $m_0 > \bar{m}$ , l'opérateur doit initier un cycle de lavage physique (rétrolavage ou relaxation) jusqu'à ce que le temps  $t_e$  soit atteint et il applique ensuite un nombre déterminé de commutations entre filtration et lavage de la membrane. Enfin, sous l'hypothèse que  $m$  est proche de  $\bar{m}$ , on peut simplement alterner des périodes de filtration et de lavage physique avec le rapport optimal calculé à partir de la connaissance de  $\bar{u}$ . Toutefois, le contrôle en boucle ouverte ne permet pas de prendre en compte l'effet des perturbations inattendues qui peuvent diminuer l'efficacité du contrôle.

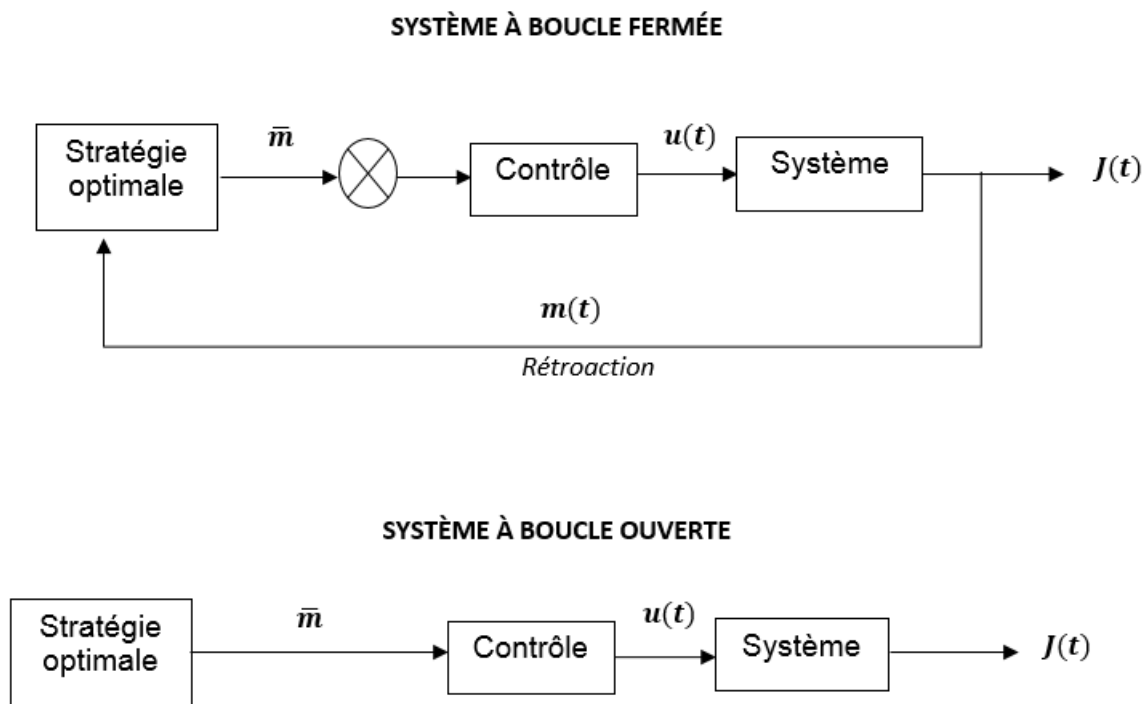


FIGURE 5.13 – Contrôleur en boucle fermée et en boucle ouverte.

## 5.9 Conclusion

Ce chapitre montre les avantages de l'application du Principe de Maximum de Pontryagin dans l'optimisation de la production nette d'un système de filtration membranaire fonctionnant à PTM constante.

Le principal avantage de la solution optimale proposée ici est qu'elle a été conçue pour une très grande classe de systèmes de filtration. En d'autres termes, sa structure générale reste similaire tant que des hypothèses très générales sur les dynamiques du processus, définies comme les propriétés qualitatives d'un modèle de filtration,

tiennent.

La solution a été donnée pour trois cas différents, selon que la régénération physique de la membrane est faite par relaxation ou par rétrolavage et selon aussi le flux de rétrolavage est constant ou variable.

L'application en simulation de la stratégie optimale à des cas d'étude améliore significativement la production nette par unité de surface de la membrane par rapport à des stratégies "classiques" publiées dans la littérature.

Par ailleurs, nous avons montré aussi qu'il est possible d'adapter la solution analytique pour l'appliquer en pratique en augmentant la fréquence de commutation sur l'arc singulier. Le coût lié au nombre de commutation entre filtration et lavage physique n'est pas pris en compte ici, mais fera l'objet de nos futurs travaux.





# Conclusion générale et perspectives

Dans tout procédé faisant intervenir des membranes, le colmatage reste l'inconvénient majeur qu'il faut maîtriser afin d'éviter les pertes de performances et les sur-coûts d'exploitation qu'il induit. La limitation du développement du colmatage est possible soit en appliquant des cycles de lavages périodiques de la membrane induisant des arrêts de fonctionnement, soit en provoquant en continu des turbulences aux voisinages de la membrane. Ces stratégies de dé-colmatage sont coûteuses et parfois inefficaces car elles ne tiennent pas compte de l'état réel de la membrane. Elles sont plutôt basées sur les recommandations des fournisseurs de la membrane et/ou l'expérience de l'opérateur.

Dans le cadre de ce travail de thèse, l'optimisation de procédé de filtration membranaire est considérée. L'objectif principal est de déterminer la stratégie de fonctionnement (la séquence des cycles de filtration/lavage physique) optimale permettant de maximiser la production de perméat du système.

Pour optimiser un procédé, la solution classique est de tester sur le procédé lui-même plusieurs combinaisons de variables afin d'en déduire la meilleur qui n'est pas forcément l'optimale. De plus, cette solution nécessite l'immobilisation du système réel ce qui n'est pas préconisable pour un fonctionnement continu du process. L'optimisation mathématique constitue une meilleur alternative dans le cas où le procédé est susceptible d'être modélisé par un modèle mathématique décrivant son comportement réel.

Toutefois, le problème qui se pose maintenant est de réussir à modéliser le procédé de filtration membranaire par un modèle suffisamment "générique" et simple, malgré la complexité due à la présence du phénomène de colmatage. On entend par "générique" un modèle qui est capable de reproduire le plus fidèlement possible le comportement d'un très grand nombre de procédés de filtration. Outre cet aspect, le modèle ne doit pas être complexe sinon la résolution du problème d'optimisation devient difficile surtout analytiquement.

La première partie de la thèse a été consacrée au choix d'un modèle décrivant les dynamiques de procédés de filtration membranaire.

Pour cela, nous avons commencé par mener un travail expérimental dans le but d'étudier et de comprendre les mécanismes de colmatage intervenant lors de la micro-filtration et l'ultrafiltration de différentes suspensions dont la filtration constitue un

intérêt industriel.

Ce travail a été effectué sur un pilote de filtration frontale qui a été automatisé afin d'acquérir en ligne des données clés pour l'étude de colmatage.

L'analyse des résultats expérimentaux a permis de conclure que la formation d'un gâteau à la surface de la membrane est le mécanisme prédominant dans le colmatage des membranes de micro-filtration et d'ultrafiltration des effluents considérés.

Étant donné les résultats de la partie expérimentale et les travaux antérieurs qui montrent la prédominance du colmatage par formation du gâteau, c'est ce mécanisme qui est modélisé. Les autres mécanismes sont négligés afin d'éviter la complexité mathématique du problème d'optimisation.

Plusieurs modèles de filtration ont été proposés dans la littérature. Parmi ces modèles, nous avons choisi le modèle de Benyahia *et coll.* (2014) qui a été capable de décrire différents jeux de données décrivant différents systèmes de filtration membranaire. Il semble être un outil adapté pour l'optimisation et le contrôle des systèmes de filtration membranaire.

Dans une deuxième partie, le problème d'optimisation est résolu par deux approches différentes : une approche numérique et une approche analytique.

L'approche numérique est basée sur l'utilisation de deux solveurs d'optimisation programmés sur MATLAB : Global Search et Pattern Search. L'objectif de ces solveurs est de déterminer le nombre et les instants de commutation optimaux entre filtration et lavage physique de la membrane permettant de maximiser la production en perméat d'un système de filtration fonctionnant à pression trans-membranaire constante.

L'approche numérique est facile à mettre en oeuvre et elle peut être utilisée même sur des modèles mathématiques complexes capables de décrire finement les mécanismes de colmatage. Cependant, les résultats d'optimisation sont très dépendants non seulement du modèle considéré, mais aussi des solveurs utilisés. De plus, cette approche présente l'inconvénient de fournir des solutions pouvant correspondre à des maximums locaux du critère d'optimisation. Dans notre cas, la présence de multiples optima locaux handicape fortement les solveurs numériques à converger vers une solution globale.

Pour pallier aux limitations de l'approche numérique, une approche analytique basée sur l'application du Principe de Maximum de Pontryagin (PMP). Le PMP est un principe très connu dans la théorie de contrôle optimal qui permet de déterminer une variable de contrôle (la séquence de fonctionnement) maximisant une fonction objectif (la production nette en perméat).

L'avantage principal de l'approche analytique est qu'elle n'est pas basée sur un modèle spécifique, mais plutôt sur des hypothèses décrivant les propriétés qualitatives des dynamiques d'une classe des systèmes de filtration. En procédant ainsi, la structure générale de la solution optimale pour toute une classe de procédés de MF/UF vérifiant les hypothèses définies est obtenue.

Par ailleurs, à l'inverse de la méthode numérique, l'approche analytique permet de

déterminer la borne supérieure du critère et d'éviter ainsi le problème des extremums locaux.

L'approche analytique met en évidence l'existence d'un arc singulier. La solution analytique telle quelle ne peut pas être appliquée en pratique notamment à cause de l'existence d'un arc singulier qui n'a aucune signification physique. La valeur de cet arc est une information très importante qui renseigne sur le rapport du temps entre périodes de filtration et périodes de lavage.

Pour être applicable sur un procédé, l'arc singulier est approximé par une succession de cycles de filtration et de lavage tout en respectant le rapport entre le temps total passé en filtration et celui en lavage.

L'application de la stratégie optimale à un cas d'étude numérique met en évidence qu'on peut améliorer significativement les performances du système par rapport à une stratégie « classique » utilisée couramment en industrie.

Les perspectives de ce travail comprennent :

- L'évaluation de la performance et de la robustesse de la stratégie optimale à l'échelle pilote ;
- L'extension de l'approche analytique pour optimiser un compromis entre la minimisation de la consommation d'énergie et la maximisation de la production d'un procédé de filtration membranaire fonctionnant à flux constant
- La synthèse de la solution optimale en considérant des modèles décrivant différents mécanismes de colmatage (tels que la formation de gâteaux et le blocage des pores).
- La synthèse de la solution optimale pour les procédés de filtration en appliquant la combinaison de cycles de relaxation et de rétro-lavage pour régénérer la membrane.



# Annexe A

## Énoncé du principe du Maximum de Pontryagin

*Source bibliographique* : Trélat (2005) [48]. Harmand *et coll.* (2018) [73]

### A.1 Énoncé général

On considère le problème de contrôle suivant :

$$\dot{x}(t) = f(x(t), u(t)), \text{ avec } x(0) = x_0 \quad (\text{A.1})$$

où  $f$  est une fonction de classe  $C^1$  sur  $\mathbb{R}$  (c'est-à-dire  $f$  est dérivable sur  $\mathbb{R}$ , et  $f'$  est continue sur  $\mathbb{R}$ ) et où les contrôles sont des applications mesurables et bornées définies sur un intervalle  $[0, T]$  de  $\mathbb{R}^+$  et à valeurs dans  $\Omega \subset \mathbb{R}$ . On note  $U$  l'ensemble des contrôles admissibles  $u$  tel que  $x_u(\cdot)$  est bien définie sur  $[0, T]$ .

Par ailleurs, on définit le coût d'un contrôle  $u$  sur  $[0, T]$  :

$$C(u) = \int_0^T h(x_u(t), u(t)) dt + \Phi(x(T)) \quad (\text{A.2})$$

où  $T$  est fixé,  $h$  est une fonction de classe  $C^1$  sur  $\mathbb{R}$ ,  $x_u$  est la trajectoire solution de (A.1) associée au contrôle  $u$  et  $x(T)$  est l'état terminal du système pénalisé par un coût  $\Phi(x(T))$ .

On considère le problème de contrôle optimal suivant : déterminer une trajectoire partant de  $x_0$  (la condition initiale) et maximisant (ou minimisant) le coût.

On définit l'Hamiltonien associé au problème d'optimisation :

$$H(x, p, u) = p^T f(x, u) + p^0 h(x, u) \quad (\text{A.3})$$

où  $p$  est un vecteur dans  $\mathbb{R}$  et  $^T$  désigne la transposition. Afin de simplifier les écritures, on adopte la notation scalaire suivante :

$$p^T f(x, u) = \langle p, f(x, u) \rangle$$

Si le contrôle  $u \in U$  associé à la trajectoire  $x(\cdot)$  est optimal sur  $[0, T]$ , alors il existe une application  $p(\cdot) : [0, T] \rightarrow \mathbb{R}$  absolument continue appelée vecteur adjoint, et un réel  $p^0 \geq 0$ , tels que le couple  $(p(\cdot), p^0)$  est non trivial (c.-à-d.  $(p(\cdot), p^0) \neq (0, 0)$ ), et tels que, pour presque tout  $t \in [0, T]$ ,

$$\begin{aligned} \dot{x}(t) &= \frac{\partial H}{\partial p}(x(t), p(t), p^0, u(t)) \\ \dot{p}(t) &= -\frac{\partial H}{\partial x}(x(t), p(t), p^0, u(t)) \end{aligned} \quad (\text{A.4})$$

où  $H(x, p, p^0, u)$  est le Hamiltonien du système, et on a la condition de maximisation presque partout sur  $[0, T]$  :

$$H(x(t), p(t), p^0, u(t)) = \max_{v \in \Omega} H(x(t), p(t), p^0, v) \quad (\text{A.5})$$

Le vecteur adjoint doit être construit de manière à vérifier les conditions de transversalité aux deux extrémités (ou juste l'une des deux) :

$$\begin{aligned} x(0) &= x_0 \\ p(T) &= -p^0 \nabla \Phi(x(T)) \end{aligned} \quad (\text{A.6})$$

**Remarque A.1.1.** *La convention  $p^0 \geq 0$  conduit au principe du maximum. La convention  $p^0 \leq 0$  conduirait au principe du minimum, i.e. la condition (A.5) serait une condition de minimum.*

**Remarque A.1.2.** *L'énoncé général du Principe du Maximum de Pontryagin fait référence à la possible existence de problèmes d'atteignabilité de la cible en faisant intervenir un scalaire noté  $p^0$ . Si pour  $p^0 = 0$  il existe une solution vérifiant les conditions nécessaires d'optimalité (équations A.4 et A.5) alors l'extrémale est dit "anormale".*

*Cela se produit dans des cas très singuliers de problèmes de contrôle optimal par exemple dans une situation où on partirait d'une condition initiale qui se trouve déjà dans la cible.*

*Dans les problèmes avec un état terminal libre (sans cible),  $p^0$  ne s'annule pas car les problèmes d'atteignabilité ne se posent pas (pas d'anormale).*

**Remarque A.1.3.** *La condition terminale  $p(T) = -p^0 \nabla \Phi(x(T))$  porte également le nom de condition de transversalité. En l'absence de coût terminal sur l'état final du système ( $\Phi = 0$ ), la condition terminale s'écrit  $p(T) = 0$ .*

## A.2 L'énoncé du PMP pour un cas particulier

Si on considère un problème de contrôle optimal à temps final fixe et avec un état terminal libre et non pénalisé par un coût, tel que le cas des problèmes traités dans cette thèse, la fonction objectif à maximiser devient de la forme :

$$C(u) = \int_0^T h(x_u(t), u(t)) dt \quad (\text{A.7})$$

où  $T$  est fixé et  $x(\cdot)$  est la solution de (A.1).

Dans ce cas, l'Hamiltonien à maximiser est défini comme suit :

$$H(x, p, u) = p f(x, u) + h(x, u) \quad (\text{A.8})$$

avec  $p$  vecteur adjoint solution de l'équation adjointe :

$$\dot{p}(t) = -\frac{\partial H}{\partial x}(x(t), p(t), u(t)) \quad (\text{A.9})$$

Pour la condition terminale :

$$p(T) = 0 \quad (\text{A.10})$$

où pour tout  $t \in [0, T]$  la commande  $u(t)$  vérifie :

$$H(x(t), p(t), u(t)) = \max_{v \in \Omega} H(x(t), p(t), v) \quad (\text{A.11})$$

**Remarque A.2.1.** *Pour résoudre les problèmes de commande optimale évoqués dans cette thèse, nous avons considéré cette dernière version découlant de l'énoncé général du principe du Maximum de Pontryagin.*





## Annexe B

### Matériel pour l'étude de la distribution des tailles des particules dans les effluents

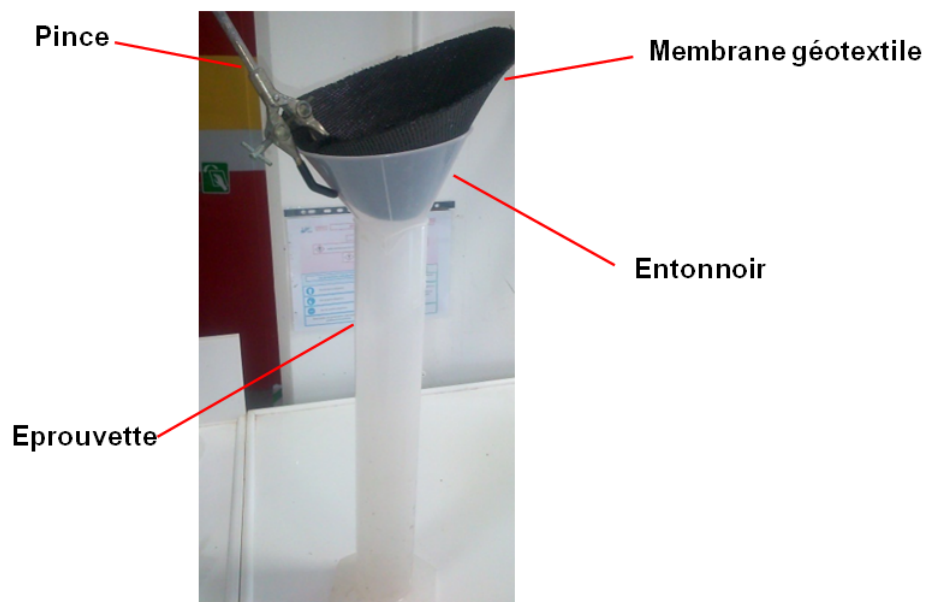


FIGURE B.1 – Filtration sur membrane géotextile

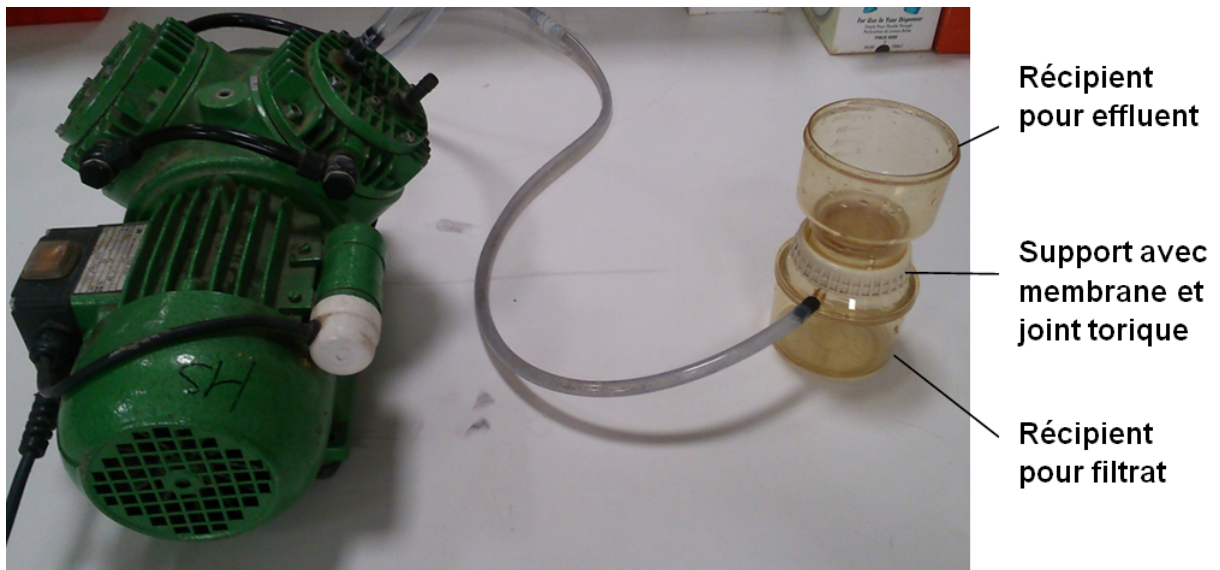


FIGURE B.2 – Module de filtration utilisé dans le test de screening

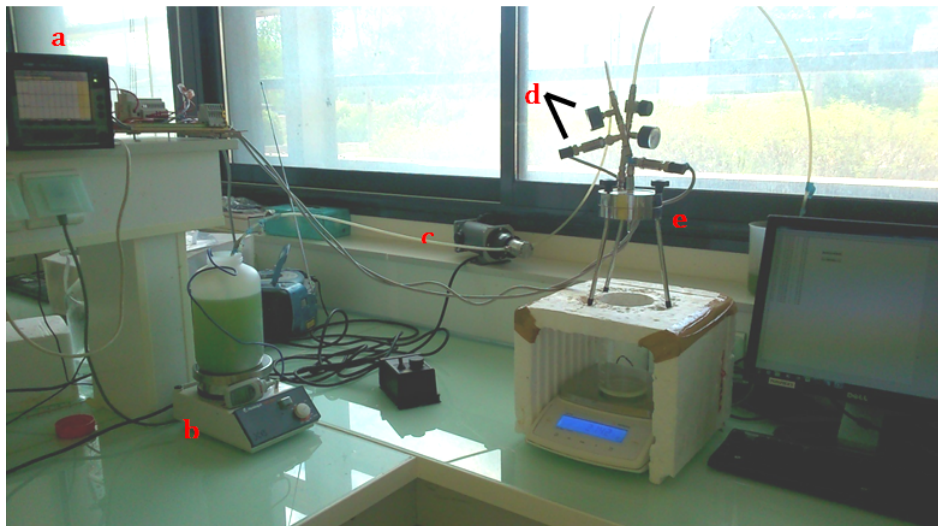


FIGURE B.3 – Photographie du pilote de filtration : (a) système d'acquisition de pression, (b) réservoir d'alimentation avec agitation magnétique, (c) pompe de circulation, (d) manomètre et capteur de pression, (e) cellule de filtration membranaire

# Annexe C

## Calcul d'incertitude

Les erreurs aléatoires peuvent être évaluées soit en effectuant des calculs d'incertitudes soit en comparant statistiquement les résultats d'expériences soigneusement répétées.

Afin d'appréhender l'incertitude sur les valeurs des résistances déterminées dans la section 2.4.3, on a utilisé la méthode du calcul d'incertitude. Par ailleurs, on suppose que dans notre cas les erreurs aléatoires dépendent uniquement du matériel utilisé. Par conséquent, l'incertitude relative sur la valeur de la résistance totale  $R_{tot}$  (équation 2.7) est donnée par :

$$\frac{\Delta R_{tot}}{R_{tot}} = \frac{\Delta PTM}{PTM} + \frac{\Delta S}{S} + \frac{\Delta \mu}{\mu} + \frac{\Delta Q_p}{Q_p} \quad (C.1)$$

avec :

- La PTM est égale à la pression d'alimentation  $P_a$  car la filtration est frontale ;
- La surface de la membrane est donnée par le fournisseur. On suppose qu'il n'y a pas d'erreur là-dessus :  $\frac{\Delta S}{S} = 0$  ;
- La viscosité de l'effluent  $\mu$  n'est pas mesurée. Elle est supposée égale à celle de l'eau. Ainsi,  $\frac{\Delta \mu}{\mu} = 0$  ;
- Le débit de perméat  $Q_p$  est calculé selon l'équation 2.5. Ainsi, on a :

$$\frac{\Delta Q_p}{Q_p} = \frac{\Delta m_p}{m_p} + \frac{\Delta \rho}{\rho} = \frac{\Delta m_p}{m_p} + \frac{\Delta m_{effluent}}{m_{effluent}} + \frac{\Delta V_{effluent}}{V_{effluent}} \quad (C.2)$$

avec  $m_p$  la masse de perméat,  $m_{effluent}$  la masse de l'effluent,  $V_{effluent}$  le volume de l'effluent ;

Par conséquent, l'équation C.1 devient égale à :

$$\frac{\Delta R_{tot}}{R_{tot}} = \frac{\Delta P_a}{P_a} + \frac{\Delta m_p}{m_p} + \frac{\Delta m_{effluent}}{m_{effluent}} + \frac{\Delta V_{effluent}}{V_{effluent}} \quad (C.3)$$

Pour l'application numérique, on considère que :

- la pression d'alimentation  $P_a$  est mesurée par un capteur de pression de précision relative  $\pm 0,5 \%$  ;

- la balance de laboratoire permet de peser à  $\pm 0,01\text{ g}$  ;
- le volume de l'effluent  $V_{effluent}$  est mesuré par une fiole jaugée de  $25\text{ mL}$  de précision  $\pm 0,04\text{ mL}$ .

Il est important de préciser que :

- les incertitudes sur la résistance  $R_1$  et la résistance  $R_m$  sont calculées de la même façon que pour  $R_{tot}$ , selon l'équation C.3 ;
- l'incertitude sur la résistance  $R_c$  est déterminée selon l'équation suivante :

$$\frac{\Delta R_c}{R_c} = \frac{\Delta R_{tot}}{R_{tot}} + \frac{\Delta R_1}{R_1} \quad (\text{C.4})$$

- l'incertitude sur la résistance  $R_{irr}$  est la somme des incertitudes sur  $R_1$  et  $R_m$ , tel que :

$$\frac{\Delta R_{irr}}{R_{irr}} = \frac{\Delta R_1}{R_1} + \frac{\Delta R_m}{R_m} \quad (\text{C.5})$$

# Annexe D

## Modèle de Pimentel *et coll.*

Pimentel *et coll.* [63] ont proposé un modèle intégré pour un bioréacteur à membrane immergée couplant un modèle biologique et un modèle de filtration. Le modèle biologique a été conçu en utilisant un simple chémostat, mettant en jeu un substrat  $S$  et une biomasse  $X$ . Les équations décrivant le modèle sont les suivantes :

— Le modèle de la phase de filtration :

$$\dot{m} = Q_{perm} X - J_{air} \mu_{air}(m) m \quad (D.1)$$

$$R_{tot} = R_m + R_{cake} \quad (D.2)$$

$$R_{cake} = \rho \frac{(m + m_0)}{A} \quad (D.3)$$

$$PTM = \frac{Q_{perm}}{A} \eta R_{tot} \quad (D.4)$$

$$\mu_{air}(m) = \beta \frac{m}{k_{air} + m} \quad (D.5)$$

— Le modèle de la phase de Relaxation :

$$\dot{m} = -J_{air} \mu_{air}(m) m \quad (D.6)$$

Le modèle de filtration associé décrit l'évolution du dépôt de gâteau sur la surface de la membrane selon la dynamique décrite par l'équation D.1.

Pendant la filtration, la vitesse d'attachement de la matière est proportionnelle au débit de l'effluent, considéré égal au débit de sortie  $Q_{perm}$  [ $m^3/jour$ ] et à sa concentration  $X$  [ $g/m^3$ ].

La dynamique de détachement du dépôt, que ce soit pendant la filtration (deuxième terme de l'équation D.1) ou pendant la relaxation (équation D.6), dépend non seulement de l'intensité de flux de l'air injecté  $J_{air}$  [ $m^3/(m^2.jour)$ ] mais aussi de la masse de gâteau. Les auteurs affirment que lorsque la masse de dépôt augmente, le détachement devient plus important car la probabilité de détachement augmente avec la quantité de matière attachée. Cela a été modélisé par une "loi de Monod"  $\mu_{air}(m)$ , représentée par l'équation D.5 où  $k_{air}$  est le coefficient de demi-saturation et  $\beta$  [ $m^{-1}$ ]

est un paramètre qui traduit la résistance du gâteau au détachement.

La résistance totale de la membrane  $R_{tot}$  (équation D.2) est considérée égale à la somme de la résistance intrinsèque de la membrane  $R_m$  et de la résistance due à la formation du gâteau  $R_{cake}$ . Cette dernière est donnée par l'équation D.3 : c'est une fonction de la résistance spécifique de gâteau  $\rho$ , la masse du dépôt ( $m + m_0$ ) et la surface de la membrane  $A$ . La variation de la pression transmembranaire  $TMP$  [bar] due au colmatage de la membrane peut être déterminée selon l'équation D.4 issue de l'application de la loi de Darcy.

# Annexe E

## Modèle de Di Bella *et coll.*

Comme pour le modèle de Pimentel *et coll.*, le modèle de Di Bella *et coll.* [62], qui décrit la dynamique d'un bioréacteur à membrane immergée, se compose de deux sous-modèles.

Le premier sous-modèle décrit l'activité biologique avec vingt-six équations différentielles ordinaires (ODE). Il s'agit d'une version modifiée de l'ASM1 [74] pour considérer en plus l'influence des produits microbiens solubles (PMS), connus pour leur rôle clé dans le colmatage des membranes [23].

Le deuxième sous-modèle s'intéresse à la partie filtration du bioréacteur. Il modélise par l'équation E.3 le colmatage de la membrane par la formation de gâteau. Il considère que la masse de la couche dynamique de gâteau par surface de la membrane  $M_{sf}$  [ $kg/m^2$ ] est régulée par deux phénomènes opposés : l'aspiration qui conduit à la fixation de la matière sur la membrane et les forces de cisaillement créées par l'aération qui détachent ce dépôt.

L'attachement de la matière est proportionnelle à la concentration totale des particules en suspension  $MLSS$  et au débit d'entrée considéré égal au débit de sortie  $Q_{perm}$  [ $m^3/jour$ ]. La  $MLSS$  (équation E.1) est la somme des concentrations des particules organiques inertes  $X_I$ , des particules organiques biodégradables  $X_S$ , de la biomasse hétérotrophe  $X_{BH}$  et de la biomasse autotrophe  $X_{BA}$ . Les dynamiques de ces concentrations au cours du temps sont données par les équations du modèle biologique.

Le détachement de gâteau sous l'effet de l'aération appliquée lors de la filtration est fonction de l'intensité de cisaillement locale  $G$  définie par l'équation E.2, et de la masse de dépôt  $M_{sf}$ . L'intensité de cisaillement (équation E.2) est proportionnelle au débit d'air  $Q_a$  [ $L/jour$ ] et à la densité de la boue activée [ $kg/m^3$ ] et inversement proportionnelle à sa viscosité  $\mu_S$  [ $Pa.s$ ]. Toutefois, lors de la phase de rétro-lavage, le détachement de la couche de gâteau est considérée proportionnelle à l'efficacité de rétro-lavage représentée par un paramètre calibré  $\eta_c$ , comme le montre l'équation E.5.

— Le modèle de la phase de filtration :



$$MLSS = i_{SS,XI}X_I + i_{SS,XS}X_S + i_{SS,BH}X_{BH} + i_{SS,BA}X_{BA} \quad (E.1)$$

$$G = \sqrt{\frac{\rho_S g Q_a}{\mu_S}} \quad (E.2)$$

$$\dot{M}_{sf} = \frac{24MLSSQ_{perm}^2}{24Q_{perm} + C_d d_p G} - \frac{\beta(1 - \alpha)GM_{sf}^2}{\gamma V_f t_f + M_{sf}} \quad (E.3)$$

$$(E.4)$$

— Le modèle de la phase de Rétro-lavage :

$$\dot{M}_{sf} = -\eta_c M_{sf} \quad (E.5)$$

avec

$C_d$  : Coefficient de la force de cisaillement [sans dimension]

$d_p$  : Taille des particules [ $m$ ]

$g$  : Accélération de la gravité [ $m.s^2$ ]

$i_{SS,X_I}$  : Masse des particules inerte/Masse de la DCO dans la biomasse [ $kgX_I.kgCOD^{-1}$ ]

$i_{SS,X_S}$  : Masse de la matière organique biodégradable / Masse de la DCO dans la biomasse [ $kgX_S.kgCOD^{-1}$ ]

$i_{SS,BH}$  : Masse de la biomasse hétérotrophe active / Masse de la DCO dans la biomasse [ $kgX_{BH}.kgCOD^{-1}$ ]

$i_{SS,BA}$  : Masse de la biomasse autotrophe active / Masse de la DCO dans la biomasse [ $kgX_{BA}.\eta kgCOD^{-1}$ ]

$V_f$  : Volume de perméat produit [ $m^3$ ]

$X_I$  : Matière organique inerte particulaire [ $kgCOD.m^{-3}$ ]

$X_S$  : Matière organique biodégradable particulaire [ $kgCOD.m^{-3}$ ]

$X_{BH}$  : Biomasse hétérotrophe active [ $kgCOD.m^{-3}$ ]

$X_{BA}$  : Biomasse autotrophe active [ $kgCOD.m^{-3}$ ]

$\alpha$  : Adhérence des particules de biomasse [sans dimension]

$\beta$  : Coefficient d'érosion du film dynamique [sans dimension]

$\gamma$  : Coefficient de compression du film dynamique de biomasse [ $kg.m^{-3}.jour^{-1}$ ]

# Bibliographie

- [1] A Broeckmann, J Busch, T Wintgens, and W Marquardt. Modeling of pore blocking and cake layer formation in membrane filtration for wastewater treatment. *Desalination*, 189(1-3) :97–109, 2006. [xix](#), [10](#)
- [2] Xiao-yan Li and Xiao-mao Wang. Modelling of membrane fouling in a submerged membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science*, 278(1) :151–161, 2006. [xix](#), [10](#)
- [3] T Ludwig, D Gaida, C Keyzers, J Pinnekamp, M Bongards, P Kern, C Wolf, and AL Sousa Brito. An advanced simulation model for membrane bioreactors : development, calibration and validation. *Water Science and Technology*, 66(7) :1384–1391, 2012. [xix](#), [11](#)
- [4] Simon Judd. *The MBR book : principles and applications of membrane bioreactors for water and wastewater treatment*. Elsevier, 2010. [6](#), [8](#), [13](#), [67](#)
- [5] Youssef El Rayess, Claire Albasi, Patrice Bacchin, Patricia Taillandier, Martine Mietton-Peuchot, and Audrey Devatine. Analysis of membrane fouling during cross-flow microfiltration of wine. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 16 :398–408, 2012. [6](#)
- [6] Zhiwei Wang, Jinxing Ma, Chuyang Y Tang, Katsuki Kimura, Qiaoying Wang, and Xiaomeng Han. Membrane cleaning in membrane bioreactors : a review. *Journal of Membrane Science*, 468 :276–307, 2014. [6](#), [7](#), [8](#), [13](#), [14](#)
- [7] Masahide Taniguchi, James E Kilduff, and Georges Belfort. Modes of natural organic matter fouling during ultrafiltration. *Environmental science & technology*, 37(8) :1676–1683, 2003. [7](#)
- [8] Wenshan Guo, Huu-Hao Ngo, and Jianxin Li. A mini-review on membrane fouling. *Bioresource Technology*, 122(Supplement C) :27 – 34, 2012. Membrane Bioreactors (MBRs) : State-of-Art and Future. [7](#)
- [9] Lilian Malaeb, Pierre Le-Clech, Johannes S Vrouwenvelder, George M Ayoub, and Pascal E Saikaly. Do biological-based strategies hold promise to biofouling control in mbrs . *Water research*, 47(15) :5447–5463, 2013. [7](#)
- [10] Celine Huyskens, Silvia Lenaerts, Etienne Brauns, Ludo Diels, and Heleen De Wever. Study of (ir) reversible fouling in mbrs under various operating

- conditions using new on-line fouling sensor. *Separation and purification technology*, 81(2) :208–215, 2011. [8](#)
- [11] Martin Jelemenskỳ, Daniela Pakšiová, Radoslav Paulen, Abderrazak Latifi, and Miroslav Fikar. Combined estimation and optimal control of batch membrane processes. *Processes*, 4(4) :43, 2016. [8](#), [19](#)
- [12] J Hermia. Constant pressure blocking filtration law application to powder-law non-newtonian fluid. *Trans. Inst. Chem. Eng.*, 60 :183–187, 1982. [8](#)
- [13] T Wintgens, J Rosen, T Melin, C Brepols, K Drensla, and N Engelhardt. Modelling of a membrane bioreactor system for municipal wastewater treatment. *Journal of Membrane science*, 216(1) :55–65, 2003. [10](#)
- [14] Wei Gao, Heng Liang, Jun Ma, Mei Han, Zhong-lin Chen, Zheng-shuang Han, and Gui-bai Li. Membrane fouling control in ultrafiltration technology for drinking water production : a review. *Desalination*, 272(1) :1–8, 2011. [11](#)
- [15] Haiou Huang, Kellogg Schwab, and Joseph G Jacangelo. Pretreatment for low pressure membranes in water treatment : a review. *Environmental science & technology*, 43(9) :3011–3019, 2009. [11](#)
- [16] Qiao Xiangli, Zhang Zhenjia, Wang Nongcun, Victor Wee, Megan Low, CS Loh, and Ng Teck Hing. Coagulation pretreatment for a large-scale ultrafiltration process treating water from the taihu river. *Desalination*, 230(1-3) :305–313, 2008. [11](#)
- [17] K Kimura, Y Hane, and Y Watanabe. Effect of pre-coagulation on mitigating irreversible fouling during ultrafiltration of a surface water. *Water Science and Technology*, 51(6-7) :93–100, 2005. [11](#)
- [18] Zakariah Yusuf, Norhaliza Abdul Wahab, and Shafishuhaza Sahlan. Fouling control strategy for submerged membrane bioreactor filtration processes using aeration airflow, backwash, and relaxation : a review. *Desalination and Water Treatment*, 57(38) :17683–17695, 2016. [12](#), [13](#), [67](#)
- [19] Rui Liu, Xia Huang, You Feng Sun, and Yi Qian. Hydrodynamic effect on sludge accumulation over membrane surfaces in a submerged membrane bioreactor. *Process Biochemistry*, 39(2) :157–163, 2003. [12](#)
- [20] Changwon Suh, Seokheon Lee, and Jinwoo Cho. Investigation of the effects of membrane fouling control strategies with the integrated membrane bioreactor model. *Journal of membrane science*, 429 :268–281, 2013. [12](#)
- [21] Jun Wu and Chengda He. Effect of cyclic aeration on fouling in submerged membrane bioreactor for wastewater treatment. *Water research*, 46(11) :3507–3515, 2012. [12](#)

- 
- [22] L Vera, E González, O Díaz, and S Delgado. Performance of a tertiary submerged membrane bioreactor operated at supra-critical fluxes. *Journal of Membrane Science*, 457 :1–8, 2014. [12](#)
- [23] Pierre Le-Clech, Vicki Chen, and Tony AG Fane. Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment. *Journal of membrane science*, 284(1) :17–53, 2006. [13](#), [127](#)
- [24] Hector Monclus, Sebastian Zacharias, Ana Santos, Marc Pidou, and Simon Judd. Criticality of flux and aeration for a hollow fiber membrane bioreactor. *Separation Science and Technology*, 45(7) :956–961, 2010. [13](#)
- [25] Adhi Yuniarto, Zainura Zainon Noor, Zaini Ujang, Gustaf Olsson, Azmi Aris, and Tony Hadibarata. Bio-fouling reducers for improving the performance of an aerobic submerged membrane bioreactor treating palm oil mill effluent. *Desalination*, 316 :146–153, 2013. [13](#)
- [26] SP Hong, TH Bae, TM Tak, S Hong, and A Randall. Fouling control in activated sludge submerged hollow fiber membrane bioreactors. *Desalination*, 143(3) :219–228, 2002. [13](#)
- [27] Jinling Wu, Pierre Le-Clech, Richard M Stuetz, Anthony G Fane, and Vicki Chen. Effects of relaxation and backwashing conditions on fouling in membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science*, 324(1) :26–32, 2008. [13](#), [14](#), [80](#)
- [28] T Zsirai, P Buzatu, P Aerts, and S Judd. Efficacy of relaxation, backflushing, chemical cleaning and clogging removal for an immersed hollow fibre membrane bioreactor. *Water research*, 46(14) :4499–4507, 2012. [13](#)
- [29] X Huang and XH Wen. Principles and applications of mbr for water treatment, 2012. [13](#)
- [30] Thao Minh Tran, Yun Ye, Vicki Chen, Richard Stuetz, and Pierre Le-Clech. Assessment of anti-fouling strategies for membrane coupled with upflow anaerobic sludge blanket (muasb) process. *Environmental technology*, 34(4) :521–528, 2013. [13](#)
- [31] A Robles, MV Ruano, J Ribes, and J Ferrer. Factors that affect the permeability of commercial hollow-fibre membranes in a submerged anaerobic mbr (hf-sanmbr) system. *Water research*, 47(3) :1277–1288, 2013. [13](#), [14](#)
- [32] Kuo-Jen Hwang, Chih-Sheng Chan, and Kuo-Lun Tung. Effect of backwash on the performance of submerged membrane filtration. *Journal of Membrane Science*, 330(1) :349–356, 2009. [14](#)
- [33] M Raffin, E Germain, and SJ Judd. Influence of backwashing, flux and temperature on microfiltration for wastewater reuse. *Separation and purification technology*, 96 :147–153, 2012. [14](#)
-

- 
- [34] Ebrahim Akhondi, Filicia Wicaksana, and Anthony Gordon Fane. Evaluation of fouling deposition, fouling reversibility and energy consumption of submerged hollow fiber membrane systems with periodic backwash. *Journal of Membrane Science*, 452 :319–331, 2014. [14](#)
- [35] Karima Kecili. *Etude et caractérisation de membranes synthétiques organiques immergées de microfiltration (MF) et d'ultrafiltration (UF) employées pour la production d'eau destinée à la consommation humaine : intensification des opérations de déconditionnement et de nettoyage*. PhD thesis, Paris 6, 2006. [14](#), [15](#)
- [36] Thang Nguyen, Felicity A Roddick, and Linhua Fan. Biofouling of water treatment membranes : a review of the underlying causes, monitoring techniques and control measures. *Membranes*, 2(4) :804–840, 2012. [14](#), [15](#)
- [37] C. Jean-Pierre. *Commande des procédés (3e ed.)*. Lavoisier, 2012. [xi](#), [15](#), [16](#), [17](#)
- [38] Paul James Smith, Saravanamuth Vigneswaran, Huu Hao Ngo, Roger Ben-Aim, and Hung Nguyen. A new approach to backwash initiation in membrane systems. *Journal of Membrane Science*, 278(1) :381–389, 2006. [17](#), [20](#)
- [39] Alejandro Vargas, Iván Moreno-Andrade, and Germán Buitrón. Controlled backwashing in a membrane sequencing batch reactor used for toxic wastewater treatment. *Journal of Membrane Science*, 320(1) :185–190, 2008. [17](#), [20](#)
- [40] Rafael Villarroel, Sebastián Delgado, Enrique González, and Míriam Morales. Physical cleaning initiation controlled by transmembrane pressure set-point in a submerged membrane bioreactor. *Separation and Purification Technology*, 104 :55–63, 2013. [17](#), [20](#)
- [41] Luisa Vera, Enrique González, Oliver Díaz, and Sebastián Delgado. Application of a backwashing strategy based on transmembrane pressure set-point in a tertiary submerged membrane bioreactor. *Journal of Membrane Science*, 470 :504–512, 2014. [17](#), [20](#)
- [42] A Robles, MV Ruano, J Ribes, A Seco, and J Ferrer. Model-based automatic tuning of a filtration control system for submerged anaerobic membrane bioreactors (anmbr). *Journal of Membrane Science*, 465 :14–26, 2014. [17](#)
- [43] Celine Huyskens, Etienne Brauns, Erwin Van Hoof, Ludo Diels, and Heleen De Wever. Validation of a supervisory control system for energy savings in membrane bioreactors. *Water research*, 45(3) :1443–1453, 2011. [18](#)
- [44] Giuliana Ferrero, Hector Monclús, Gianluigi Buttiglieri, Joaquim Comas, and Ignasi Rodriguez-Roda. Automatic control system for energy optimization in membrane bioreactors. *Desalination*, 268(1) :276–280, 2011. [18](#)
-

- 
- [45] Giuliana Ferrero, Hector Monclús, Gianluigi Buttiglieri, Sara Gabarron, Joaquim Comas, and Ignasi Rodríguez-Roda. Development of a control algorithm for air-scour reduction in membrane bioreactors for wastewater treatment. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 86(6) :784–789, 2011. [18](#)
- [46] G Ferrero, H Monclús, L Sancho, JM Garrido, J Comas, and I Rodríguez-Roda. A knowledge-based control system for air-scour optimisation in membrane bioreactors. *Water Science and Technology*, 63(9) :2025–2031, 2011. [18](#)
- [47] Lev Semenovich Pontryagin. *Mathematical Theory of Optimal Processes*. Classics of Soviet Mathematics. Taylor & Francis, 1987. [18](#)
- [48] Emmanuel Trélat. *Contrôle optimal : théorie & applications*. Mathématiques Concrètes. Vuibert, 2005. [19](#), [117](#)
- [49] Smaranda P Cristea, Rogelio Mazaeda, and César de Prada. Optimal control of beer filtration process. *IFAC Proceedings Volumes*, 46(32) :762–767, 2013. [19](#)
- [50] HM Vollebregt, RGM Van Der Sman, and RM Boom. Suspension flow modelling in particle migration and microfiltration. *Soft Matter*, 6(24) :6052–6064, 2010. [19](#)
- [51] R Paulen, M Jelemenskỳ, Z Kovacs, and M Fikar. Economically optimal batch diafiltration via analytical multi-objective optimal control. *Journal of Process Control*, 28 :73–82, 2015. [19](#)
- [52] Martin Jelemenskỳ, Ayush Sharma, Radoslav Paulen, and Miroslav Fikar. Time-optimal control of diafiltration processes in the presence of membrane fouling. *Computers & Chemical Engineering*, 91 :343–351, 2016. [19](#)
- [53] NG Cogan and Shankararaman Chellam. A method for determining the optimal back-washing frequency and duration for dead-end microfiltration. *Journal of Membrane Science*, 469 :410–417, 2014. [19](#), [20](#)
- [54] NG Cogan, Jian Li, Appala Raju Badireddy, and Shankararaman Chellam. Optimal backwashing in dead-end bacterial microfiltration with irreversible attachment mediated by extracellular polymeric substances production. *Journal of Membrane Science*, 520 :337–344, 2016. [19](#), [20](#)
- [55] JA Pérez-Serradilla and MD Luque De Castro. Role of lees in wine production : A review. *Food Chemistry*, 111(2) :447–456, 2008. [24](#)
- [56] Séverine Carretier. *Intérêts des procédés membranaires dans le post-traitement des digestats liquides et valorisation des co-produits*. PhD thesis, Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc, 2014. [35](#), [37](#), [80](#)
- [57] Frank Waeger, T Delhaye, and W Fuchs. The use of ceramic microfiltration and ultrafiltration membranes for particle removal from anaerobic digester effluents. *Separation and Purification Technology*, 73(2) :271–278, 2010. [37](#)
-

- 
- [58] Amine Charfi. *Etude d'un procédé membranaire de traitement des eaux usées : effet des paramètres biotiques et abiotiques sur le colmatage de la membrane*. PhD thesis, Université de Carthage, 2014. 37, 80
- [59] Raquel López-Fernández, Carolina Aristizábal, and Rubén Irusta. Ultrafiltration as an advanced tertiary treatment of anaerobically digested swine manure liquid fraction : A practical and theoretical study. *Journal of membrane science*, 375(1) :268–275, 2011. 37
- [60] Boumediene Benyahia, Amine Charfi, Nihel Benamar, Marc Héran, Alain Grasmick, Brahim Cherki, and Jérôme Harmand. A simple model of anaerobic membrane bioreactor for control design : coupling the "am2b" model with a simple membrane fouling dynamics. 13. In *World Congress on Anaerobic Digestion : Recovering (bio) Resources for the World. AD13*, 2013. 47, 48, 68, 71, 92, 93
- [61] Benyahia Boumediene. *Modélisation et observation des bioprocédés à membranes : Application à la digestion anaérobie*. PhD thesis, Université Aboubeker Belkaid de Tlemcen, 2012. 47, 48, 68
- [62] Gaetano Di Bella, Giorgio Mannina, and Gaspare Viviani. An integrated model for physical-biological wastewater organic removal in a submerged membrane bioreactor : Model development and parameter estimation. *Journal of Membrane Science*, 322(1) :1–12, 2008. 50, 127
- [63] Guilherme A Pimentel, Alain Vande Wouwer, Jérôme Harmand, and Alain Rapaport. Design, analysis and validation of a simple dynamic model of a submerged membrane bioreactor. *Water research*, 70 :97–108, 2015. 50, 53, 125
- [64] Achille Messac. *Optimization in practice with MATLAB® : for engineering students and professionals*. Cambridge University Press, 2015. 69
- [65] MathWorks. Comparison of five solvers. <https://fr.mathworks.com/help/gads/example-comparing-several-solvers.html>. 73
- [66] Jaeho Ho and Shihwu Sung. Effects of solid concentrations and cross-flow hydrodynamics on microfiltration of anaerobic sludge. *Journal of Membrane Science*, 345(1) :142–147, 2009. 80
- [67] Amine Charfi, Nihel Ben Amar, and Jérôme Harmand. Analysis of fouling mechanisms in anaerobic membrane bioreactors. *water research*, 46(8) :2637–2650, 2012. 80
- [68] Ugo Boscain and Benedetto Piccoli. *Optimal syntheses for control systems on 2-D manifolds*, volume 43. Springer Science & Business Media, 2003. 84
- [69] Michail I Zelikin and Vladimir F Borisov. *Theory of chattering control : with applications to astronautics, robotics, economics, and engineering*. Springer Science & Business Media, 2012. 85, 92

- [70] Robert W Field, Dengxi Wu, John A Howell, and Bharat B Gupta. Critical flux concept for microfiltration fouling. *Journal of membrane science*, 100(3) :259–272, 1995. [91](#)
- [71] Jiamin Zhu, Emmanuel Trélat, and Max Cerf. Planar tilting maneuver of a spacecraft : singular arcs in the minimum time problem and chattering. *arXiv preprint arXiv :1504.06219*, 2015. [92](#)
- [72] Xia Shengji, Li Xing, Yao Ji, Dong Bingzhi, and Yao Juanjuan. Application of membrane techniques to produce drinking water in china. *Desalination*, 222(1-3) :497–501, 2008. [xiii](#), [xv](#), [97](#), [98](#), [99](#), [100](#), [101](#), [104](#)
- [73] Rapaport A. et Sari T. Harmand J., Lobry C. *Apprendre à se servir du Principe du Maximum de Pontryagin - application à l'optimisation des bioprocédés*. Collection Génie des Procédés, Série Chémostat et bioprocédés,. ISTE Editions, à paraître, 2018. [117](#)
- [74] Mogens Henze. Activated sludge models asm1, asm2, asm2d and asm3. *IWA Scientific and Tech. Rep.*, 2000. [127](#)



## Bibliographie

---

# Publications et communications liées à la thèse

## Publications :

- Kalboussi, N., A. Rapaport, T. Bayen, N. Ben Amar, F. Ellouze, J. Harmand. Optimal control of physical backwash strategy - towards the enhancement of membrane filtration process performance. *Journal of Membrane Science*. DOI : <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2017.09.053>.

- Kalboussi, N., Harmand, J., Ellouze, F., Ben Amar, N. (2017, January). Optimization of membrane filtration systems. In *Control, Automation and Diagnosis (ICCAD), 2017 International Conference on* (pp. 258 – 262). IEEE. DOI : [10.1109/CADIAG.2017.8075667](https://doi.org/10.1109/CADIAG.2017.8075667).

- Kalboussi, N., A. Rapaport, T. Bayen, N. Ben Amar, F. Ellouze, J. Harmand. Optimal control of a membrane filtration system. *IFAC-PapersOnLine*. pp 8704 – 8709. DOI : <https://doi.org/10.1016/j.ifacol.2017.08.1554>.

- Kalboussi N., Harmand J., Ellouze F., N. Ben Amar. (2017) Optimal Scheduling and Fouling Control in Membrane Bioreactor. In : Mannina G. (eds) *Frontiers in Wastewater Treatment and Modelling. FICWTM 2017. Lecture Notes in Civil Engineering*, vol 4. pp 239 – 244. Springer, Cham. DOI : [https://doi.org/10.1007/978-3-319-58421-8\\_38](https://doi.org/10.1007/978-3-319-58421-8_38).

## Communications :

- Kalboussi, N. J. Harmand, N. Ben Amar, F. Ellouze. A comparative study of three membrane fouling models - Towards a generic model for optimization purposes. *CARI2016*, 10 – 16 October 2016, Tunis, Tunisia.

- Kalboussi, N. J. Harmand, F. Ellouze, N. Ben Amar. Optimization of membrane filtration systems. *ICCAD'2017*, 19 – 21 January 2017, Tunis, Tunisia.

- Kalboussi, N. J. Harmand, F. Ellouze, N. Ben Amar. Optimal scheduling and

fouling control in membrane bioreactor. FICWTM 2017, 21 – 24 May 2017, Palermo, Italy.

- Kalboussi, N., A. Rapaport, T. Bayen, N. Ben Amar, F. Ellouze, J. Harmand. Optimal control of a membrane filtration system. IFAC'2017, 9 – 14 July 2017, Toulouse, France.

- Kalboussi, N. J. Harmand, F. Ellouze, N. Ben Amar. Optimisation du lavage physique d'une membrane de filtration par une approche de contrôle optimal. FrancoFilt'2017, 29 – 31 août 2017, Bordeaux, France.