



HAL
open science

De l'analyse du pilotage d'un décanteur centrifuge à son instrumentation

Nader Moatamri

► **To cite this version:**

Nader Moatamri. De l'analyse du pilotage d'un décanteur centrifuge à son instrumentation. Sciences de l'ingénieur [physics]. ENSIA (AgroParisTech), 2003. Français. NNT : 2003EIAA0132 . pastel-00003701

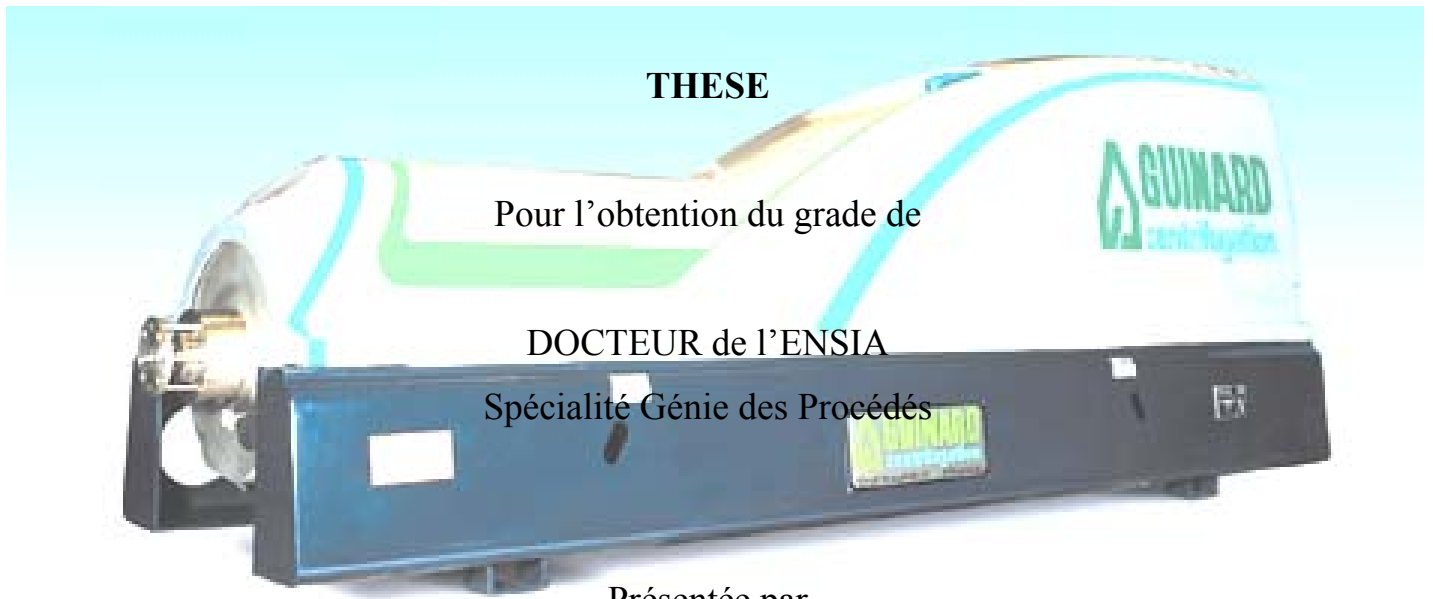
HAL Id: pastel-00003701

<https://pastel.hal.science/pastel-00003701>

Submitted on 2 Jun 2008

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.



THESE

Pour l'obtention du grade de

DOCTEUR de l'ENSIA

Spécialité Génie des Procédés

Présentée par

Nader MOATAMRI

Ingénieur ENSIA

**De l'analyse du pilotage d'un décanteur centrifuge
à son instrumentation**

Directeur de thèse : Gilles TRYSTRAM

JURY

| | | |
|----------------------|------------------|---|
| Rapporteurs : | V. BELLON-MAUREL | Chef de division – Cemagref Montpellier |
| | J.P. STEYER | Chargé de recherche – INRA Narbonne |
| Examineurs : | G. TRYSTRAM | Professeur – ENSIA Massy |
| | L. PIERRE | Directeur R&D - Guinard Centrifugation |
| | J.R. PUIGGALI | Professeur – ENSAM Bordeaux |

Travail réalisé entre le département Génie Industriel Alimentaire de l'ENSIA & l'entreprise
Guinard Centrifugation

*A mes parents El hadj Mohammed & Emna,
à mes sœurs Nadia, Nada & Nesrine,
à mes nièces Nermine & Yasmine,
à mon neveu Nessim,*

Remerciements

En premier lieu, je tiens à remercier vivement mon directeur de thèse, Gilles Trystram pour l'encadrement de ce travail. Toujours disponible pour répondre à mes questions, il a su gérer mon travail avec beaucoup de professionnalisme et de maîtrise.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à l'entreprise Guinard Centrifugation au travers de son directeur général M. Luc Gilbert pour avoir initié ce travail. Un grand merci à toute l'équipe Recherche & Développement de l'entreprise Guinard, surtout à M. Léo Pierre qui arrivé la dernière année de thèse a su clarifier le sujet de recherche et surtout à faire le lien entre la recherche universitaire et les besoins industriels. Merci également à MM. Christian Dousset et Thierry Maillaut pour leurs témoignages en tant qu'expert en centrifugation. Sans oublier, bien sûr, de remercier toute l'équipe de l'entreprise Guinard pour leur collaboration et leur disponibilité et surtout Mme. Françoise Richard sans qui je serais encore perdu dans les méandres des papiers administratifs.

Merci à toute l'équipe de l'ENSIA, surtout à Mme. Martine Decloux, pour son soutien matériel et moral tout au long de la thèse. Merci à Francis et Fabrice, qui ont collaboré à l'élaboration de ce travail de recherche. Merci Monique pour tout ce que tu as fait pour que je me sente en famille à l'ENSIA. Merci Marc pour le coup de téléphone reçu l'automne 1999, pour prendre contact avec l'industriel et lancer ce travail très intéressant.

J'exprime ma reconnaissance à Mme. Véronique Bellon-Maurel et M. Jean-Philippe Steyer pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail en acceptant d'être rapporteurs.

Merci à toutes les équipes qui ont contribué à l'élaboration de certaines parties de ce travail :

- Merci l'IFTS pour la collaboration de l'étude de caractérisation physique des boues d'épuration, je n'oublierai jamais ces deux semaines agréables passées dans votre équipe. Merci à MM. Christophe Peuchot, Marc Valat et Pascal Ginesty.
- Merci à l'équipe CAPORAL du *Cemagref* de Montpellier, qui m'ont initié à la spectrophotométrie. Merci à Mme. Bellon-Maurel Véronique pour sa collaboration, merci également à MM. Pierre Grenier et Michel Crochon pour le travail expérimental réalisé.
- Merci à l'équipe REQUALA du *Cemagref* de Clermont Ferrand pour leur soutien et leur disponibilité pour la conduite et le traitement de la partie recueil d'expertise. Un grand merci à Nathalie et Corinne avec qui l'ambiance de travail est toujours exceptionnelle.

Merci à toute l'équipe de thésards de l'ENSIA pour la bonne ambiance. Plus spécifiquement, merci à mon pote Gregounette et sa maman JOJO qui m'ont apporté un « family touch » dans un pays où je suis loin de ma vraie famille. Merci à Alejandra, Nejla, Amel, Samuel, Aurélia, Bébé, Laura, Kiki, Stéphanie, Céline J., Céline B., Manu, J.C, Abir, Mouin, Nourhène, Alfredo, Betty, Imen ... et j'en oublie certainement. Merci à la dernière arrivée Léonora pour son soutien moral. Merci aussi à tous mes amis, surtout Mafoudh et Souad.

Je voudrais également remercier ma sœur Nadia, qui forme avec Nouri, Nermine et Nessim ma seule famille ici. Oooooh combien ce soutien moral et matériel m'a fait du bien dans les moments les plus difficiles. Merci à papa et à maman qui malgré la longue distance qui nous sépare n'ont pas arrêté de me soutenir, merci aussi pour m'avoir éduqué au « savoir », à l' « amour de la science » même en étant des « purs littéraires ».

Merci à l'Ambassade de la Tunisie qui a financé mes études du bac jusqu'au DEA, et à l'ANRT pour le financement de la thèse.

Sans oublier de remercier l'association ASEF, que j'ai créée avec des amis, autour de notre passion commune pour le football et de l'amour de notre équipe l'Etoile Sportive du Sahel (Tunisie). Cette association m'a permis de faire des connaissances intéressantes aboutissant à un apport moral indispensable dans les situations les plus difficiles.

Résumé

Le travail mené dans cette thèse concerne la maîtrise des décanteurs centrifuges. L'instrumentation étant limitante, nous proposons, sur la base de l'analyse des modes de pilotage de l'opération la définition de l'instrumentation et la réalisation et la validation des capteurs nécessaires. La recherche a été effectuée en trois volets distincts.

- L'analyse bibliographique a permis de caractériser les différents mécanismes qui permettent la déshydratation mécanique des boues urbaines par les centrifugeuses. Les boues présentent une grande variabilité et leur caractérisation n'est pas toujours facile. Il ressort de cette étude que l'empirisme l'emporte sur les travaux de compréhension du procédé : aucun modèle de génie des procédés ne donne entière satisfaction. Une nouvelle approche d'étude est indispensable.
- L'analyse du pilotage des centrifugeuses est ensuite proposée. Cette analyse, effectuée par entretiens avec des experts, amène une réponse à la question « Que mesurer ? ». Ainsi, nous avons déterminé le nombre minimal et la nature des paramètres à connaître pour piloter la machine. La synthèse de la connaissance des experts a permis de fournir et valider un outil simple d'aide à la décision. Afin de pouvoir implanter ce module en ligne pour le pilotage automatique, nous avons étudié l'instrumentation possible du procédé.
- Plusieurs instruments présents sur le marché ont été testés pour déterminer leurs caractéristiques métrologiques. Ces capteurs servent à déterminer la concentration du centrat et la siccité des boues déshydratées. Plus spécifiquement, un capteur de mesure de la concentration des matières en suspension du centrat, reposant sur l'analyse des données spectrophotométriques, a été développé. Ce capteur présente l'avantage, par la mise en œuvre que nous avons réalisé, d'être sans contact avec le produit. Ceci évite les problèmes de colmatage, fréquents dans les stations d'épuration. Le signal de mesure est traité de plusieurs manières et des corrélations sont obtenues. Une validation sur site industriel est discutée.

Mots-clés

Centrifugation, décantation, boues d'épuration, recueil d'expertise, mesure, instrumentation.

Abstract

The work presented herein consists on the elaboration of an original method to understand and control the piloting of Guinard centrifugal machines. Work was carried out in three distinct parts.

- The bibliographic analysis enabled us to characterize the various mechanics which manage the mechanical drying of urban muds by the centrifugal machines. Sludge present a great variability and their characterization is not always easy. The empirism is more used than the work of the process comprehension; no processes genius model gives whole satisfaction. There exists a real need of new methods of study.
- One solution is the analysis of decanter's piloting. This analysis is developed by asking the experts and brings a relevant answer to the question "What to measure?". Thus, we determined the minimal number of parameters to know to pilot the machine. The synthesis of this expert analysis enabled us to provide a simple tool of help to the decision. In order to able the uses of this software for on line control of the centrifuge decanter; we studied the possible instrumentations of the process.
- Several instruments present on the market are tested to determine their metrological characteristics. A transmitter of the suspended matter concentration of the centrate, resting on the analysis of spectrophotometric data, is developed. This measurement present the favour to be without contact with the centrate, which avoid the problems of sensors filling, frequent on the waste water plants.

Keywords

Centrifugation, decantation, muds, sludges, expert analysis, measure, instrumentation.

Table des annexes

| | |
|--|-------|
| Annexe 1 : Etude de la décantation statique | p 200 |
| Annexe 2 : Méthodes de caractérisation des boues | p 204 |
| Annexe 3 : Flocculation des boues | p 206 |
| Annexe 4 : Destination finale des boues d'épuration | p 210 |
| Annexe 5 : Théorie de la centrifugation | p 211 |
| Annexe 6 : Module de régulation de la vitesse relative par la mesure du couple | p 215 |
| Annexe 7 : Système d'acquisition installé sur le site de Châteauroux | p 217 |
| Annexe 8 : Etude des caractéristiques physiques de la boue de Châteauroux | p 219 |
| Annexe 9 : Protocoles de mesure des matières en suspension et des matières sèches | p 226 |
| Annexe 10 : Bases de règles simplifiées | p 229 |
| Annexe 11 : Module de mesure spectrophotométrique au laboratoire..... | p 233 |

Table des illustrations

| | |
|---|-----|
| Figure 1 : Flux des effluents dans une station d'épuration..... | 21 |
| Figure 2 : Schéma simplifié d'un filtre à bande | 25 |
| Figure 3 : Principe de filtre presse | 26 |
| Figure 4 : Coupe longitudinale d'une centrifugeuse à axe horizontal..... | 28 |
| Figure 5 : Centrifugeuse avec système contre-courant..... | 31 |
| Figure 6 : Représentation de diagramme d'influence des différents paramètres..... | 38 |
| Figure 7 : Diagramme d'influence des paramètres de fonctionnement..... | 39 |
| Figure 8 : Principe de mesure du couple par la torsion d'un anneau élastique..... | 40 |
| Figure 9 : Principe de mesure du Streaming Current | 44 |
| Figure 10 : Construction proposée du programme de recherche..... | 49 |
| Figure 11 : Principe des différentes solutions utilisées pour la synthèse de capteurs de mesures (Trystram, 2002) | 52 |
| Figure 12 : Recyclage de la puissance dissipée par la vis | 56 |
| Figure 13 : Coupe en face de la centrifugeuse de Châteauroux (Type D4L-HP)..... | 57 |
| Figure 14 : Représentation des entrées/sorties d'une centrifugeuse Guinard..... | 58 |
| Figure 15 : Organigramme de l'étude de capteur..... | 67 |
| Figure 16 : Etude de la corrélation entre la mesure capteur et les mesures de références des produits..... | 68 |
| Figure 17 : Différentes phases du recueil d'expertise | 74 |
| Figure 18 : Bidimensionnalité de la qualification du centrat..... | 86 |
| Figure 19 : Fonction d'appartenance de l'indicateur de l'état des boues | 95 |
| Figure 20 : Fonction d'appartenance de l'indicateur teinte du centrat | 96 |
| Figure 21 : Système entrées / sorties développés | 100 |
| Figure 22 : Interface d'aide à la décision développée | 101 |
| Figure 23 : Comparaison des consignes de l'expert () et du logiciel ()..... | 103 |
| Figure 24 : Relation entre le couple enregistré et la siccité mesurée | 106 |
| Figure 25 : Relation couple / siccité (en enlevant les points à une siccité inférieure à 10%)..... | 107 |
| Figure 26 : Schéma du banc d'essai de l'analyse d'image..... | 109 |
| Figure 27 : Résultat analyse d'image du centrat de Noisy le Grand. | 110 |
| Figure 28 : Résultat analyse d'image du centrat de Valenton..... | 111 |
| Figure 29 : Résultat analyse d'image du centrat d'Achères. | 112 |
| Figure 30 : Installation en ligne du Positrol O | 114 |
| Figure 31 : Relation entre la mesure de référence et la mesure du capteur Positrol O..... | 114 |
| Figure 32 : Principe de la mesure de la transmission et de la rétrodiffusion..... | 115 |
| Figure 33 : Installation type du turbiscan on line..... | 117 |
| Figure 34 : Dispositif expérimental au laboratoire pour les essais du turbiscan | 118 |
| Figure 35 : Evolution du signal de transmission pour des concentrations croissantes de centrat lors des essais du Turbiscan au laboratoire..... | 119 |
| Figure 36 : Corrélation Transmission / Concentration obtenue au cours des essais préliminaires..... | 120 |
| Figure 37 : Evolution du signal de transmission et de rétrodiffusion lors des essais préliminaires du Turbiscan au laboratoire..... | 121 |
| Figure 38 : Évolution de la rétrodiffusion au cours de l'essai au laboratoire..... | 122 |
| Figure 39 : Essai de vérification de l'encrassement de la cellule du Turbiscan | 123 |
| Figure 40 : Installation du Turbiscan sur le site de Noisy le Grand | 124 |
| Figure 41 : Enregistrement de la transmission lors des essais du turbiscan sur le site de Noisy le Grand | 124 |
| Figure 42 : Corrélation entre la transmission et la concentration lors des essais sur le site de Noisy Le Grand. | 125 |
| Figure 43 : Enregistrement de la transmission et de la rétrodiffusion lors de la seconde série d'essai sur le site de Noisy le Grand..... | 126 |
| Figure 44 : Enregistrement de la transmission et de la rétrodiffusion lors des tests préliminaire sur le site de Châteauroux..... | 127 |
| Figure 45 : Variation de la transmission et de la rétrodiffusion en fonction de la concentration lors des tests préliminaires à Châteauroux..... | 128 |
| Figure 46 : Principe de la cuve du dégazage..... | 129 |
| Figure 47 : Installation du Turbiscan sur le site de Châteauroux avec cuve de dégazage..... | 129 |
| Figure 48 : Corrélation Concentration / Transmission obtenue lors des tests du Turbiscan équipé de la cuve de dégazage sur le site de Châteauroux..... | 131 |
| Figure 49 : Corrélation Concentration / Rétrodiffusion obtenue lors des tests du turbiscan équipé de la cuve de dégazage sur le site de Châteauroux..... | 132 |

| | |
|---|-----|
| Figure 50 : Comparaison entre les résultats des essais de deux sites différents | 133 |
| Figure 51 : Principe de mesure de la turbidité..... | 135 |
| Figure 52 : Système d'adaptation de la sonde VisioTurb 700IQ sur conduite..... | 136 |
| Figure 53 : Structure de la sonde VisioTurb 700 IQ..... | 137 |
| Figure 54 : Relation entre la mesure de référence et la mesure de la sonde WTW..... | 138 |
| Figure 55 : Photographie de la sonde WTW après les essais..... | 139 |
| Figure 56 : Disposition de la source et des détecteurs..... | 140 |
| Figure 57 : Mesure de la lumière dispersée au moyen des deux photo détecteurs..... | 141 |
| Figure 58 : Evolution du signal du détecteur A en fonction de l'opacité de la solution..... | 141 |
| Figure 59 : Présentation des abaques de caractéristique de la sonde..... | 142 |
| Figure 60 : Installation de la sonde Solitax..... | 143 |
| Figure 61 : Système de nettoyage des fenêtres de la sonde Solitax..... | 143 |
| Figure 62 : Relation entre la mesure de référence et la mesure de la sonde Dr Lange..... | 144 |
| Figure 63 : Photographie de la sonde Dr Lange après la campagne des essais..... | 145 |
| Figure 64 : Exemple d'enregistrement des spectres des 256 longueurs d'onde..... | 147 |
| Figure 65 : Courbe de SECV (ou SEP) et SEC en fonction du nombre de composantes..... | 151 |
| Figure 66 : Dispositif de mesure au laboratoire..... | 152 |
| Figure 67 : Spectres obtenus pour les échantillons 1 et 8 sans agitation..... | 153 |
| Figure 68 : Schéma de l'installation avec agitateur magnétique..... | 154 |
| Figure 69 : Spectres obtenus pour les échantillons 4 et 8 avec agitation..... | 154 |
| Figure 70 : Spectres obtenus pour les 15 échantillons étudiés..... | 155 |
| Figure 71 : Spectres enregistrées pour les centrats de Noisy le Grand..... | 155 |
| Figure 72 : Evolution de SECV en fonction du nombre de variables latentes..... | 156 |
| Figure 73 : Droite de prédiction de Noisy le Grand..... | 157 |
| Figure 74 : Présentation des spectres et des longueurs d'onde sélectionnées..... | 157 |
| Figure 75 : Calibration du modèle de prédiction de Noisy le Grand avec sélection des longueurs d'onde..... | 158 |
| Figure 76 : Validation du modèle PLS de Noisy le Grand..... | 159 |
| Figure 77 : Evolution des spectres de l'échantillon 14 sans agitation..... | 159 |
| Figure 78 : Phénomène de décantation dans le tube à essai..... | 160 |
| Figure 79: Évolution de la concentration prédite en fonction du temps..... | 160 |
| Figure 80 : Spectres obtenus avec les échantillons de Valenton..... | 161 |
| Figure 81 : Choix du nombre de variables latentes et droite de prédiction pour le cas du centrat de Valenton.. | 162 |
| Figure 82 : Spectres obtenus avec les échantillons d'Achères..... | 162 |
| Figure 83 : Choix du nombre de variables latentes et droite de prédiction pour le centrat d'Achères..... | 163 |
| Figure 84 : Résultat de calibration du modèle d'Achère avec sélection des longueurs d'onde..... | 164 |
| Figure 85 : Évolution des spectres enregistrés selon la position du tube de mesure..... | 166 |
| Figure 86 : Évolution des spectres selon la position du capteur..... | 167 |
| Figure 87 : Évolution des spectres selon la position de la source de lumière..... | 168 |
| Figure 88 : Évolution des spectres selon la position du tube..... | 169 |
| Figure 89 : Distances à respecter afin d'obtenir le maximum de transmission..... | 169 |
| Figure 90 : Représentation de la chambre de mesure..... | 171 |
| Figure 91 : Dimensionnement du pilote « skid centrat »..... | 172 |
| Figure 92 : Adaptation du skid centrat pour la mesure du spectrophotomètre..... | 173 |
| Figure 93 : Résultats des tests à l'air dans le skid centrat..... | 174 |
| Figure 94 : Spectres de l'eau de ville..... | 174 |
| Figure 95 : Enregistrement des spectres de l'air et de l'eau (pilote monté sur mousses)..... | 175 |
| Figure 96 : Photo des échantillons fabriqués pour l'essai..... | 176 |
| Figure 97 : Spectres enregistrés pour les différents échantillons de centrat..... | 176 |
| Figure 98 : Corrélacion entre la concentration réelle et la concentration prédite pour les 10 échantillons de calibration..... | 177 |
| Figure 99 : Corrélacion entre la concentration réelle et la concentration prédite pour les 5 échantillons de validation..... | 177 |
| Figure 100 : Enregistrement des spectres au cours des essais en ligne..... | 179 |
| Figure 101 : Distribution en concentration de référence des 61 échantillons..... | 179 |
| Figure 102 : Distribution des SEP pour les différentes simulations..... | 182 |
| Figure 103 : Distribution des échantillons de calibration pour les meilleurs et les plus mauvais résultats des simulations..... | 183 |
| Figure 104 : Distribution des SEP pour l'étude à 3 zones..... | 183 |
| Figure 105 : Distribution des SEP pour l'étude à 4 zones..... | 184 |
| Figure 106 : Forces appliquées sur une particule en chute libre dans un fluide..... | 200 |

| | |
|--|-----|
| Figure 107 : Trajectoire d'une particule dans un bac alimenté en continu..... | 202 |
| Figure 108 : Flocculateur à commande électrique équipé de variateur de vitesse et minuterie | 208 |
| Figure 109 : Schéma simplifié d'une enceinte cylindrique en rotation | 211 |
| Figure 110 : Présentation simple d'un décanteur centrifuge | 212 |
| Figure 111 : Schéma de régulateur de vitesse | 215 |
| Figure 112 : Relation empirique couple / siccité (document Guinard) | 216 |
| Figure 113 : Armoire électrique de la carte d'acquisition | 218 |
| Figure 114 : Essai de sédimentation..... | 219 |
| Figure 115 : Cellule de Filtration-Compression..... | 220 |
| Figure 116 : Courbe de sédimentation. | 221 |
| Figure 117 : Courbe de sédimentation (boue de station)..... | 222 |
| Figure 118 : Vitesse de sédimentation en fonction de la concentration de la boue | 223 |
| Figure 119 : Évolution de la porosité moyenne en fonction de la pression solide. | 224 |
| Figure 120 : Évolution de la résistance spécifique du gâteau en fonction de la pression solide. | 225 |
| Figure 121 : Module de mesure utilisé pour les essais laboratoire..... | 233 |

Tableaux

| | |
|---|-----|
| Tableau 1 : Flux et filières d'élimination des boues d'épuration en France en 2002 | 22 |
| Tableau 2 : Étude qualitative de la réponse des centrifugeuses aux différents paramètres (Reif, Langeloh <i>et al.</i> , 1990)..... | 37 |
| Tableau 3 : Synthèse de l'utilisation des différents capteurs..... | 46 |
| Tableau 4 : Caractéristiques métrologiques des différents capteurs..... | 59 |
| Tableau 5 : Tendances suivies par la siccité en fonction des différents paramètres..... | 60 |
| Tableau 6 : Comparaison des différentes boues étudiées..... | 61 |
| Tableau 7 : Variabilité des mesures au laboratoire | 64 |
| Tableau 8 : Structuration de l'indicateur Qualité de la boue..... | 83 |
| Tableau 9 : Comparaison de l'analyse des deux experts de la qualité du concentrat..... | 85 |
| Tableau 10 : Structuration des indicateurs « Teinte du concentrat » et « Taux de polymère »..... | 87 |
| Tableau 11 : Base de règles de l'expert 1 (avec terminologie propre à l'expert 1)..... | 88 |
| Tableau 12 : Base de règles de l'expert 2 (avec terminologie propre à l'expert 2)..... | 89 |
| Tableau 13 : Base de règles finale (avec terminologies communes aux deux experts) | 91 |
| Tableau 14 : Identification des nouvelles bases de règles..... | 97 |
| Tableau 15 : Base de règles 1..... | 98 |
| Tableau 16 : Résultat de validation du logiciel sur le site de Vierzon | 102 |
| Tableau 17 : Résultats de l'essai de variation de la vitesse relative | 130 |
| Tableau 18 : Principaux résultats obtenus avec variation du débit de polymère..... | 130 |
| Tableau 19 : Mesure de référence sur les différents concentrats | 153 |
| Tableau 20 : Comparaison des deux modèles de Noisy le Grand | 158 |
| Tableau 21 : Comparaison des deux modèles de Valentignat..... | 162 |
| Tableau 22 : Comparaison des deux modèles d'Achères | 163 |
| Tableau 23 : Comparaison entre les essais au laboratoire et les essais sur skid..... | 177 |
| Tableau 24 : Meilleurs résultats obtenus par application de l'algorithme génétique | 181 |
| Tableau 25 : Les plus mauvais résultats obtenus après application de l'algorithme génétique..... | 182 |
| Tableau 26 : Résultats des travaux de recherche en instrumentation | 186 |

Nomenclature

| Symbole | Signification | Unité |
|------------------|--|----------------------|
| a | Masse humide | mg |
| b | Masse sèche | mg |
| BS | Rétrodiffusion | % |
| C _a | Concentration en matières en suspension des boues | g.L ⁻¹ |
| C _c | Concentration en matières en suspension du centrat | g.L ⁻¹ |
| C _e | Couple d'extraction | N.m |
| C _{es} | Couple secondaire | N.m |
| C _s | Siccité des boues déshydratées | % |
| D.T.S | Distribution de temps de séjour | |
| DBO ₅ | Demande chimique en oxygène | mg.L ⁻¹ |
| dh | Hauteur de cellule de mesure | m |
| d _p | Diamètre de particule | m |
| E _A | Force d'attraction de Van Der Vaals | kg.m.s ⁻² |
| E _B | Force de répulsion électrostatique | kg.m.s ⁻² |
| F ₁ | Poids apparent d'une particule | kg.m.s ⁻² |
| F ₂ | Force de traînée | kg.m.s ⁻² |
| g | Accélération de la pesanteur | m.s ⁻² |
| g _a | Coefficient d'asymétrie | |
| h | hauteur | m |
| K | Rapport de réduction | |
| K _i | Coefficient d'absorption | |
| m _a | Masse de la capsule | g |
| m _b | Masse de la capsule + échantillon | g |
| m _c | Masse de la capsule + MS | g |
| MES | Matières en suspension | g.L ⁻¹ |
| m _p | Masse de particule | kg |
| MS | Matières sèches | % |
| MV | Matières volatiles | % |
| N | Vitesse de rotation | tr.min ⁻¹ |
| PLS | Partial Least Squares | |
| Q | Débit d'alimentation | m ³ |
| R | Distance de la particule par rapport à l'axe de rotation | m |
| R ₀ | Rayon du bol | m |
| r _i | Rayon de cellule de mesure | m |
| R _s | Niveau de débordement | m |
| S | Surface du bac | m ² |
| SCD | Streaming Current Detector | |

| Symbole | Signification | Unité |
|------------------|--|----------------------|
| SEC | Erreur standard de calibration | g.L^{-1} |
| SECV | Erreur standard de calibration avec validation croisée | g.L^{-1} |
| SEP | Erreur Standard de prédiction | g.L^{-1} |
| T | Transmission | % |
| t | temps | S |
| T_c | Taux de capture | % |
| v | vitesse | m.s^{-1} |
| V_a | Vitesse du bol | tr.min^{-1} |
| V_{bol} | Volume du bol | m^3 |
| v_c | Vitesse limite de décantation | m.s^{-1} |
| v_f | Vitesse du fluide porteur | m.s^{-1} |
| V_i | Vitesse d'interface | m.s^{-1} |
| V_p | Volume de particule | m^3 |
| V_r | Vitesse relative | tr.min^{-1} |
| V_s | Vitesse secondaire | tr.min^{-1} |
| x | longueur | m |
| y | largeur | m |
| γ | Accélération | m.s^{-2} |
| θ | Angle d'incidence | rad |
| Ω_0 | Angle solide | rad |
| λ^* | Dispersion des photons en rétrodiffusion | |
| λ | Dispersion des photons en transmission | |
| Φ | Fraction volumique | % |
| ρ_p | Masse volumique de la particule | kg.m^{-3} |
| ρ_f | Masse volumique du fluide | kg.m^{-3} |
| Σ_d | Pouvoir de dispersion | |
| Σ | Surface équivalente | m^2 |
| η | Viscosité | Pa.s |
| ω | Vitesse angulaire | rad.s^{-1} |

Table des matières

| | |
|--|-----------|
| INTRODUCTION..... | 16 |
| PARTIE 1 : ETAT DE L'ART DU TRAITEMENT DES BOUES D'EPURATION | 18 |
| 1 LES EFFLUENTS URBAINS ET LEURS TRAITEMENTS | 19 |
| 1.1 ORIGINE DES EFFLUENTS..... | 19 |
| 1.2 TRAITEMENT DES EFFLUENTS | 20 |
| 2 LES BOUES..... | 23 |
| 2.1 FLOCCULATION DES BOUES..... | 24 |
| 2.2 POST-TRAITEMENT DES BOUES..... | 24 |
| 2.3 CONCLUSION | 27 |
| 3 LA CENTRIFUGATION DES BOUES | 27 |
| 3.1 DE LA DECANTATION STATIQUE A LA CENTRIFUGATION | 27 |
| 3.1.1 <i>La centrifugeuse à axe horizontal</i> | 28 |
| 3.1.2 <i>Analyse des paramètres de fonctionnement interne et de l'influence des variables opératoires d'une décanteuse</i> | 32 |
| 3.1.3 <i>Facteurs extérieurs influents sur le fonctionnement des décanteurs</i> | 33 |
| 3.1.4 <i>Conclusion :</i> | 35 |
| 3.2 INSTRUMENTATION DES CENTRIFUGEUSES..... | 39 |
| 3.2.1 <i>Instrumentation interne</i> | 40 |
| 3.2.2 <i>Instrumentation externe</i> | 42 |
| 3.2.3 <i>Conclusion :</i> | 46 |
| PARTIE 2 : PROBLEMATIQUE ET METHODOLOGIE RESULTANTE | 48 |
| 1 IDENTIFICATION DU PROBLEME INDUSTRIEL..... | 50 |
| 1.1 LES OBJECTIFS INDUSTRIELS | 50 |
| 1.2 LES CONTRAINTES INDUSTRIELLES : | 51 |
| 1.3 CONCLUSION | 51 |
| 2 METHODE DE TRAVAIL PROPOSEE | 52 |
| 2.1 APPROCHE PAR LA MESURE DIRECTE | 52 |
| 2.2 APPROCHE PAR LA MESURE INDIRECTE | 53 |
| 2.3 APPROCHE PROPOSEE DANS NOTRE TRAVAIL | 53 |
| PARTIE 3 : MATERIELS & METHODES | 55 |
| 1 LE DECANTEUR | 56 |
| 1.1 PRESENTATION DE LA MACHINE..... | 56 |
| 1.2 LES CAPTEURS ASSOCIES | 58 |
| 1.3 LA REGULATION DU COUPLE : PERFORMANCES ET CARACTERISTIQUES | 59 |
| 2 ACQUISITION DES DONNEES..... | 60 |
| 3 LES BOUES..... | 61 |
| 3.1 COMPARAISON DES DIFFERENTS TYPES DE BOUES UTILISEES AU COURS DES ESSAIS | 61 |
| 3.2 METHODE EXPERIMENTALE D'ECHANTILLONNAGE | 62 |
| 3.3 METHODE DE CARACTERISATION DES MATIERES EN SUSPENSION DANS LES BOUES ET DANS LE CENTRAT | 63 |
| 3.3.1 <i>Méthode par centrifugation (NF T 90-105-2)</i> | 63 |
| 3.3.2 <i>Méthode par filtration sur filtre en fibres de verre (NF EN 872)</i> | 63 |
| 3.3.3 <i>Méthode de mesure de la siccité des boues déshydratées</i> | 64 |
| 3.3.4 <i>Etude des incertitudes des mesures laboratoires</i> | 64 |
| 4 METHODE D'ETUDE UTILISEE AVEC TOUS LES CAPTEURS..... | 65 |
| 4.1 ETUDE ET SELECTION DES PRINCIPES ADMISSIBLES..... | 65 |
| 4.2 VALIDATION DES CAPTEURS AU LABORATOIRE..... | 66 |

| | | |
|--|---|------------|
| 4.3 | INSTALLATION EN LIGNE..... | 66 |
| 4.4 | VALIDATION DES CAPTEURS EN LIGNE..... | 67 |
| PARTIE 4 : RESULTATS & DISCUSSIONS..... | | 70 |
| CHAPITRE 1 : LE RECUEIL D'EXPERTISE..... | | 71 |
| 1 | METHODE DE TRAVAIL DU RECUEIL D'EXPERTISE..... | 72 |
| 1.1 | CHOIX ET PRESENTATION DES EXPERTS GUINARD..... | 72 |
| 1.2 | CHRONOLOGIE DU RECUEIL..... | 73 |
| 1.3 | LES ENTRETIENS..... | 75 |
| 1.4 | FORMALISATION DES MESURES..... | 76 |
| 1.4.1 | <i>Identification des indicateurs</i> | 77 |
| 1.4.2 | <i>Structuration des indicateurs sensoriels</i> | 77 |
| 1.5 | FORMALISATION DES REGLES D'ACTION..... | 79 |
| 1.5.1 | <i>Outils mathématiques</i> | 79 |
| 1.5.2 | <i>Développement d'une interface</i> | 80 |
| 1.6 | VALIDATION DU RECUEIL..... | 80 |
| 2 | RESULTATS DU RECUEIL D'EXPERTISE..... | 81 |
| 2.1 | LES OBJECTIFS ET LA COMPREHENSION DE L'UTILISATION DES CENTRIFUGEUSES EN TRAITEMENT DES BOUES SELON LES ENTRETIENS..... | 81 |
| 2.2 | IDENTIFICATION ET FORMALISATION DES MESURES..... | 81 |
| 2.2.1 | <i>Formalisation de la mesure sur les boues déshydratées</i> | 82 |
| 2.2.2 | <i>Formalisation de la mesure sur le centrat</i> | 84 |
| 2.3 | FORMALISATION DES ACTIONS..... | 87 |
| 2.3.1 | <i>Identification et qualification des actions</i> | 87 |
| 2.3.2 | <i>Validation du tableau de recueil</i> | 93 |
| 2.3.3 | <i>Commentaires et discussion</i> | 93 |
| 2.3.4 | <i>Les Outils mathématiques de formalisation des actions</i> | 94 |
| 2.4 | VALIDATION SUR SITE DU RECUEIL D'EXPERTISE..... | 102 |
| 2.5 | CONCLUSION ET DISCUSSION..... | 104 |
| CHAPITRE 2 : INSTRUMENTATION..... | | 105 |
| 1 | MESURE INDIRECTE EN TEMPS REEL DE LA SICCITE DES BOUES..... | 106 |
| 2 | POTENTIEL DE L'ANALYSE D'IMAGE..... | 108 |
| 2.1 | MATERIELS ET METHODES..... | 108 |
| 2.1.1 | <i>Etude du principe</i> | 108 |
| 2.1.2 | <i>Installation au laboratoire</i> | 108 |
| 2.2 | RESULTATS ET DISCUSSIONS..... | 109 |
| 2.2.1 | <i>Tests du Centrat de Noisy le Grand</i> | 109 |
| 2.2.2 | <i>Test du centrat de Valenton</i> | 110 |
| 2.2.3 | <i>Test du centrat d'Achères</i> | 111 |
| 2.2.4 | <i>Conclusion de l'analyse d'image</i> | 112 |
| 3 | TESTS DES CAPTEURS EXISTANTS SUR LE MARCHE..... | 113 |
| 3.1 | CAPTEUR POSITROL O..... | 113 |
| 3.1.1 | <i>principe</i> | 113 |
| 3.1.2 | <i>Installation du capteur</i> | 113 |
| 3.1.3 | <i>Résultats des tests du Positrol O</i> | 114 |
| 3.2 | LE TURBISCAN ON LINE..... | 115 |
| 3.2.1 | <i>Principe du Turbiscan On Line</i> | 115 |
| 3.2.2 | <i>Installation au laboratoire</i> | 116 |
| 3.2.3 | <i>Résultats et discussions</i> | 117 |
| 3.2.4 | <i>Conclusion des essais du Turbiscan On Line</i> | 133 |
| 3.3 | SONDE VISIO TURB 700 IQ (WTW)..... | 135 |
| 3.3.1 | <i>Principe</i> | 135 |
| 3.3.2 | <i>Installation en ligne</i> | 136 |
| 3.3.3 | <i>Particularité de l'appareil</i> | 136 |
| 3.3.4 | <i>Résultats des tests de la sonde VisioTurb 700 IQ (WTW)</i> | 137 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 3.4 | SONDE SOLITAX HS-LINE (DR LANGE)..... | 140 |
| 3.4.1 | <i>Principe</i> | 140 |
| 3.4.2 | <i>Installation en ligne de la sonde</i> | 142 |
| 3.4.3 | <i>Particularité de la sonde</i> | 143 |
| 3.4.4 | <i>Résultats des tests de la sonde SOLITAX hs-line (Dr Lange)</i> | 144 |
| 4 | DEVELOPPEMENT D'UNE SOLUTION DE MESURE PAR SPECTROPHOTOMETRIE | 146 |
| 4.1 | LA SPECTROPHOTOMETRIE : PRINCIPE ET METHODE D'ANALYSE | 146 |
| 4.1.1 | <i>Principe de la spectrophotométrie</i> | 146 |
| 4.1.2 | <i>Méthodes mathématiques pour l'analyse des spectres</i> | 148 |
| 4.2 | ESSAIS DU SPECTROPHOTOMETRE AU LABORATOIRE | 151 |
| 4.2.1 | <i>Banc d'essai :</i> | 151 |
| 4.2.2 | <i>Résultats des essais au laboratoire</i> | 152 |
| 4.2.3 | <i>Essais de précision de la mesure spectrophotométrique</i> | 165 |
| 4.3 | INSTALLATION EN LIGNE..... | 170 |
| 4.3.1 | <i>Développement du skid, origine de l'idée</i> | 170 |
| 4.3.2 | <i>Résultats des essais pilote</i> | 173 |
| 4.3.3 | <i>Résultats des essais sur site</i> | 178 |
| 4.3.4 | <i>Conclusion de l'étude spectrophotométrique</i> | 184 |
| 5 | CONCLUSION DE L'ETUDE DE L'INSTRUMENTATION | 185 |
| | PARTIE 5 : CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES..... | 187 |
| | REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES..... | 191 |
| | ANNEXES | 199 |

Introduction

Dans le procédé de traitement d'épuration des eaux usées, des boues sont générées. Il faut traiter ces boues afin d'obtenir d'une part une eau recyclable et d'autre part une boue suffisamment concentrée pour que le coût du post traitement soit acceptable.

Un procédé classique est la centrifugation. Cette opération se fait grâce à des machines tournantes dont la conception repose sur beaucoup d'empirisme et dont l'exploitation conduit à des consommations d'additifs importantes (en quantité et en coût), à des consommations énergétiques fortes et globalement à des performances qui peuvent être améliorées. La société Guinard Centrifugation, PMI française de 125 personnes, unique concepteur et fabricant de décanteuses à axe horizontal en France, affronte sur le marché mondial 2 constructeurs Allemands et 1 Scandinave.

Pour le développement de ses machines, Guinard Centrifugation s'est fixé comme objectifs de

- réduire la taille de ses décanteuses pour traiter un débit massique équivalent de boue provenant des stations de traitement d'eaux usées.
- pour ce faire de comprendre, modéliser et améliorer les décanteurs.
- d'instrumenter et automatiser ses décanteuses afin d'assurer les meilleures conditions d'exploitation.

Guinard Centrifugation a choisi d'étudier le pilotage automatique des décanteuses à axe horizontal en s'appuyant sur les connaissances des universitaires. Notre étude s'inscrit dans ce cadre : l'objectif de l'ensemble de la thèse est d'analyser le pilotage des centrifugeuses afin de proposer des moyens intéressants d'amélioration de l'automatisation dans la filière de traitement des boues urbaines.

La commande en ligne des décanteurs dans la filière de traitement des boues est peu développée. Les mécanismes de séparation sont mal connus et peu d'études ont été publiées dans ce domaine. L'absence de capteur de mesure dans la station d'épuration rend la maîtrise de la qualité des boues dans cette filière difficile, parce que cette qualité des boues est très variable. Le développement de mesures continues sur les fluides issus de la centrifugation devient une nécessité.

Le travail qui nous intéresse ici est la compréhension du mode de pilotage des centrifugeuses par la recherche bibliographique et la formulation de connaissances experts. Nous allons préciser dans les quatre parties suivantes certains aspects :

- **Partie 1** : Nous présenterons dans cette partie les origines et les différentes filières de traitement des boues urbaines. Nous introduirons les problèmes relatifs à la caractérisation des boues d'épuration. Un état de l'art des systèmes de traitement sera établi, en détaillant le traitement par les centrifugeuses. Cette partie aidera le lecteur à se situer, avec des données chiffrées, dans le contexte de la recherche menée.
- **Partie 2** : L'objectif de cette partie est de présenter la problématique industrielle et scientifique, afin de déterminer et justifier la méthodologie suivie dans notre travail. Certains travaux similaires seront développés. Une approche avec un plan de travail détaillé sera mise en œuvre.
- **Partie 3** : Dans cette partie nous présenterons les différents matériels utilisés au cours du travail. L'utilisation du matériel requiert des méthodes de travail, qui seront détaillées ici. L'objectif est de fournir au lecteur tous les éléments pour assimiler les résultats inhérents à l'étude.
- **Partie 4** : Cette partie est divisée en deux chapitres distincts. Le premier chapitre traitera le travail de recueil d'expertise et les résultats inhérents. L'analyse des résultats du recueil donnera suite au deuxième chapitre qui est l'instrumentation. Dans le chapitre 2 nous présenterons les résultats des tests des différents capteurs abordés dans l'étude, en s'attardant sur les découvertes et les nouveaux enseignements de la thèse.

En **conclusions (partie 5)** nous dressons un bilan de l'étude en montrant les points forts et les points faibles de notre approche. Nous proposons des perspectives à ce travail, en relation avec les intérêts de l'industriel Guinard Centrifugation.

Partie 1 : Etat de l'art du traitement des boues d'épuration

Les boues, issues de l'épuration des eaux usées urbaines, présentent des volumes considérables surtout dans les grandes agglomérations urbaines. Il s'avère donc nécessaire de traiter ces boues afin de réduire au maximum leur volume. Une multitude de procédés est disponible sur le marché actuel présentant chacun des avantages et des inconvénients.

Le procédé de centrifugation, s'il est bien contrôlé, est de loin le plus intéressant au point de vue économique. Mais la difficulté de compréhension des mécanismes qui commandent la centrifugation pousse les industriels à développer leur machine de façon empirique. D'autre part, la grande variabilité des boues, selon les saisons et l'environnement industriel des régions urbaines, rend l'approche empirique très délicate.

Le but de cette partie est de fournir des données chiffrées et de positionner le travail dans les connaissances actuelles. L'ensemble de ces réflexions nous amènera à définir plus précisément les objectifs et les méthodes du travail présentés dans la suite de ce mémoire.

1 Les effluents urbains et leurs traitements

1.1 Origine des effluents

« Comment définir un effluent ? ». Dans le Petit Robert (Robert, 1981), un effluent urbain est défini comme l'ensemble des eaux (comprenant les eaux de ruissellements et les eaux usées) à évacuer de la ville et les matières qu'elles sont susceptibles d'entraîner. Dans le Petit Larousse (Larousse, 1989) on distingue deux types d'effluents : les effluents pluviaux qui comprennent les eaux de ruissellement et les effluents urbains qui sont l'ensemble des eaux usées, des eaux de ruissellement et des eaux superficielles évacuées par les égouts.

Pour une définition plus spécifique, nous avons consulté le Larousse Agricole (Clément, 1981) qui ne parle pas d'effluent mais plutôt des eaux usées comme étant l'ensemble des eaux ménagères, des eaux industrielles, des eaux de drainages et des eaux-vannes (partie liquide contenue dans les fosses d'aisance, dans les bassins de vidange ...etc.). Les eaux usées doivent être traitées avant d'être rejetées dans la nature.

Nous voyons ainsi une multitude de définitions pour les effluents, où se distinguent deux grands groupes :

- Les effluents urbains : Ils regroupent les eaux résiduaires et les eaux pluviales.
- Les effluents industriels : A l'inverse des effluents urbains, les effluents industriels présentent une extrême diversité. Quatre catégories de rejet sont distinguées dans l'industrie :
 - Effluents généraux de fabrication

- Effluents particuliers : sodes usées, eaux ammoniacales de cokerie ...etc
- Effluents de services généraux : Eaux de vannes, eaux de chaufferie...etc
- Rejets occasionnels.

En moyenne, les effluents urbains présentent 45% et les effluents industriels 55% des entrées des stations d'épuration des grandes villes. La part d'origine industrielle est généralement croissante avec la taille de l'agglomération.

L'assainissement englobe collecte, transport et traitement des effluents. Les quantités à traiter sont exprimées en équivalent habitant qui correspond aux valeurs prises par habitant pour les eaux usées domestiques. Ces valeurs sont entre 150 L.hab⁻¹.j⁻¹ dans de nombreuses agglomérations rurales et plus de 400 L.hab⁻¹.j⁻¹ dans de très nombreuses villes Américaines ou Suisses, ce qui présente des volumes considérables de liquides à traiter.

1.2 Traitement des effluents

Le rôle d'une station d'épuration est de dépolluer les eaux résiduaires de manière à ce qu'elles correspondent à des normes fixées par le conseil supérieur d'hygiène de France et qu'elles puissent être donc rejetées dans le réseau des eaux superficielles.

Pour savoir si des eaux sont suffisamment dépolluées, deux critères sont évalués:

- La teneur en matière en suspension (MES) qui ne doit pas dépasser 30 mg par litre.
- La demande biochimique en oxygène (DBO₅) qui ne doit pas dépasser 40 mg par litre ; c'est la consommation d'oxygène nécessaire pour que les micro-organismes présents dans les eaux stabilisent les substances organiques qu'elles contiennent.

Le circuit de traitement de l'eau comprend quatre stades essentiels (Figure 1): les prétraitements, la décantation primaire, l'épuration biologique et la décantation secondaire.

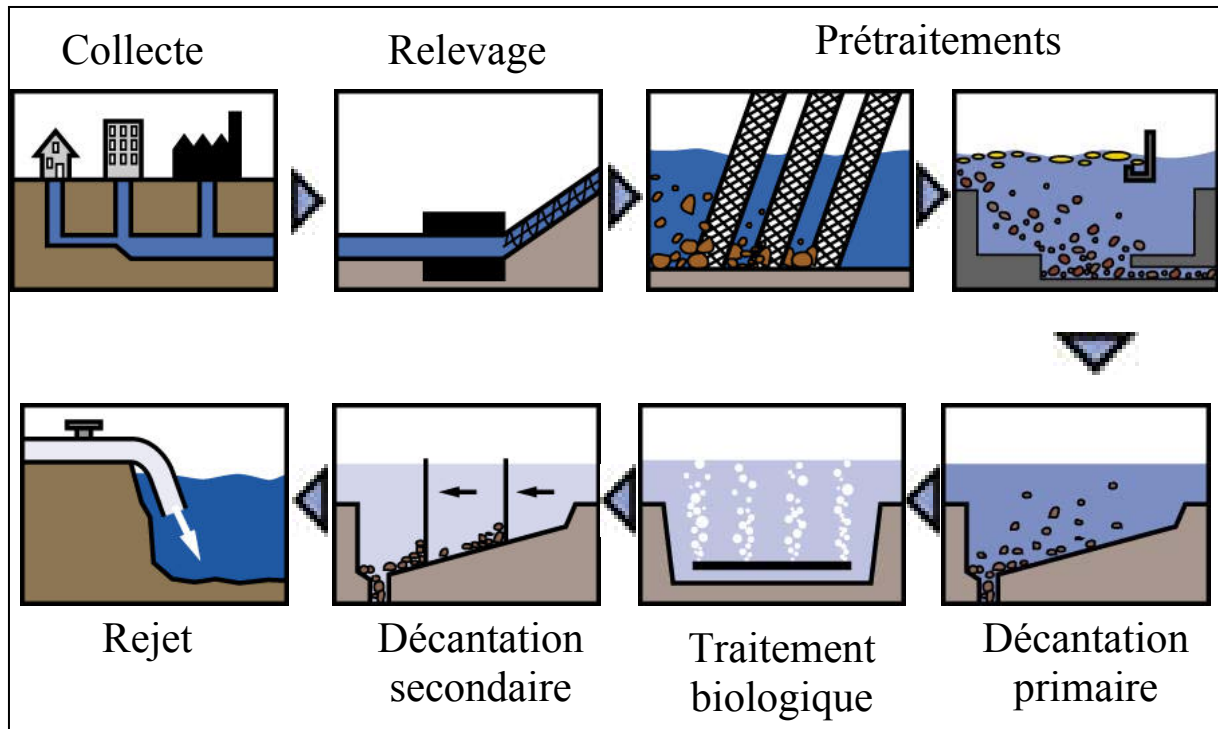


Figure 1 : Flux des effluents dans une station d'épuration

Après un prétraitement qui élimine l'essentiel des éléments solides, la décantation primaire a comme objectif de parfaire la qualité du prétraitement, notamment par la capture des MES naturellement décantables et par une élimination poussée des flottants (huile et graisse).

La décantation statique est la séparation de particules par rapport à un fluide, séparation qui s'effectue grâce au mouvement des particules sous l'action d'un champ de gravité.

En utilisant la loi de Stokes (Rivet, 1981), la vitesse limite de décantation v_c peut-être calculée à partir des paramètres suivants :

- diamètre de la particule d_p (m)
- masse volumique de la particule ρ_p (Kg.m^{-3})
- masse volumique du fluide porteur ρ_f (Kg.m^{-3})
- viscosité dynamique du fluide η (Pa.s)
- accélération de la pesanteur g (m.s^{-2})

$$v_c = \frac{d_p^2 * (\rho_p - \rho_f)}{18 * \eta} * g \quad (\text{m.s}^{-1})$$

L'équation ci-dessus montre que la vitesse d'une particule est déterminée par les caractéristiques physiques de la particule et du liquide où elle se trouve :

- Plus le diamètre de la particule est grand, plus la vitesse de sédimentation est grande.
- Plus la viscosité du liquide est faible, plus la vitesse de sédimentation est grande.

Les détails de la décantation statique sont présentés en annexe 1. La décantation des particules dans les bassins permet d'obtenir d'une part des boues au fond du bassin qui vont rejoindre le circuit de traitement des boues de la station et d'autre part une eau allégée en matières en suspension qui subira une décantation secondaire.

La décantation secondaire permet d'atteindre les niveaux de dépollution prévus par la loi. Elle fait appel le plus souvent à une insufflation d'air qui provoque une floculation et une activation des phénomènes de décantation. Comme pour le cas de la décantation primaire, nous obtenons ici une eau épurée et des boues au fond du bassin, généralement ces boues sont moins denses que les boues primaires.

Lorsqu'une pollution industrielle existe dans les eaux collectées, une épuration dite « tertiaire » est nécessaire. Cette dépollution nommée épuration chimique, fait appel à des produits qui coagulent les substances indésirables encore contenues dans l'eau.

Après ces divers traitements, les eaux résiduaires qui ont atteint les niveaux légaux de dépollution retournent à la rivière. Les boues pompées au fond des divers bassins subissent un traitement particulier que nous analyserons en détail dans la suite. Le Tableau 1, tiré des derniers résultats publiés par l'ADEME, présente quelques chiffres récents en France dans la filière de traitement des boues.

Tableau 1 : Flux et filières d'élimination des boues d'épuration en France en 2002

| Bassin | M EH raccordés | Nombre STEP | Production kt MS/an | Epandage % | CET % | Incinération % | Autre % |
|------------------------|-------------------|----------------|------------------------|---------------|----------|-------------------|------------|
| Adour Garonne | 7,8 | 2 941 | 70 | 63 | 22 | 8 | 7 |
| Artois Picardie | 6,3 | 404 | 57 | 90 | 10 | 0 | 0 |
| Loire Bretagne | 22,7 | 5 932 | 160 | 68 | 19 | 13 | 0 |
| Rhin Meuse | 4,2 | 484 | 82 | 46 | 23 | 24 | 7 |
| RMC | 26,6 | 4 443 | 246 | 36 | 34 | 28 | 2 |
| Seine Normandie | ? | 2 144 | 192 | 81 | 4 | 9 | 6 |
| Total France | ? | 16 348 | 807 | 60 | 20 | 17 | 3 |

Légende :

M EH : million d'équivalent.habitant

STEP : station d'épuration

kt MS/an : flux de matières sèches exprimées en tonnes par an

CET : centre d'enfouissement technique

Autre : filière inconnue, lagunage, lits de séchage plantés de roseaux... (Définition variable selon les départements et les Agences)

Le nombre de station d'épuration ne cesse d'augmenter en France, il est passé de 12400 stations en 2000 à 16348 en 2002. Cet accroissement est suivi par un effort pour limiter la production des boues, qui est passé de 830 kt MS/an en 2000 à 807 kt MS/an en 2002, cette

diminution de production est due à une meilleure maîtrise des procédés épuratoires. Nous expliquerons dans ce qui suit le détail de la filière de traitement des boues.

2 Les boues

Le caractère commun de toutes les boues est de constituer un déchet encore très liquide. Les boues ont une valeur économique généralement faible ou nulle. Certaines d'entre elles sont chimiquement inertes, mais celles qui proviennent de traitements biologiques sont souvent fermentescibles (Baudez, Coussot *et al.*, 2002) et nauséabondes (Degrémont, 1989). La production des boues en Europe est de l'ordre de 0,09 Kg MS.hab⁻¹.j⁻¹ (Chen, Yue *et al.*, 2002), la production totale en Europe en 1997 est de 850000 Tonnes MS et pourra atteindre 1300000 Tonnes MS en 2005, ce qui présente un volume total de boue liquide de 4 millions de m³ (Mizier, 97). Des valeurs publiées par l'ADEME (ADEME, 1999) mettent en évidence l'importance relative du coût de traitement des boues par rapport au coût de l'utilisation agricole proprement dite. Ces chiffres expliquent l'intérêt que portent les pays industrialisés au traitement des boues.

La composition des boues influence de façon très notable les performances de traitement. Cette composition dépend de la nature de la pollution des eaux résiduaires, et des procédés de traitement des eaux. On distingue selon l'étude publiée par la société Noxon (Noxon, 1996):

- les **boues primaires** qui sont issues d'une séparation physique des matières en suspension décantables organiques ou minérales ;
- les **boues physico-chimiques** qui renferment la quasi-totalité de la pollution particulaire et colloïdale enlevée à l'eau, ainsi que des réactifs ajoutés qui se retrouvent dans les boues sous forme d'hydroxydes métalliques ou de précipités minéraux (carbonate, phosphate...)
- les **boues biologiques** issues de la métabolisation de la pollution organique biodégradable soluble et colloïdale, lors d'une épuration mettant en œuvre une culture bactérienne libre (boues activées) ou fixée (lit bactérien, bio filtre).

Les différentes techniques de caractérisation des boues sont présentées en Annexe 2. En général les différents types de boues sont mélangés avant de rejoindre le circuit de traitement des boues de la station d'épuration. Afin de faciliter le traitement des boues, une floculation est obligatoire, le but de la partie suivante est d'expliquer l'importance de cette floculation dans la filière de traitement des boues.

2.1 Flocculation des boues

Les boues contiennent de nombreux composés qui peuvent se regrouper en trois catégories (Chen, Yue *et al.*, 2002) :

- Matières en suspension : Ce sont en général des particules de grande taille (supérieur à un micron). L'origine est soit minérale (sable, limons, argiles...) soit organique provenant de la décomposition des matières végétales ou animales. A ces composés s'ajoutent les micro-organismes tels que bactéries, algues, plancton et virus.
- Matières colloïdales : Ce sont des matières en suspension de même origine que les précédentes mais de plus petite taille (moins d'un micron). Ces particules présentent une décantation très lente et sont généralement génératrices de couleur.
- Matières dissoutes : De très petites tailles (quelques centaines de nanomètres). Ce sont des cations ou des anions avec une partie de la matière organique.

Les matières en suspension sont facilement séparable de l'eau qui les entoure. Le cas des matières colloïdales est plus complexe puisqu'elles sont difficiles à décanter naturellement, d'où la nécessité d'avoir recours à d'autres techniques pour les séparer de l'eau. La technique la plus classique étant la flocculation par ajout de polymères qui aident l'agglomération des boues. Cette technique et malgré son intérêt présente une charge non négligeable pour l'exploitant de la station d'épuration (entre 20 et 30% des charges totales, donnée ADEME). Les détails de la flocculation des boues sont présentés en annexe 3. Après la flocculation les boues subissent un post-traitement pour réduire leur teneur en eau que nous exposerons dans la suite.

2.2 Post-traitement des boues

Une station d'épuration de dimension moyenne, 100000 équivalent habitant, doit évacuer chaque jour 700 m³ de boues non traitées (Mizier, 1997). Un traitement par concentration et digestion peut ramener ce chiffre à 250 m³ par jour. Ce qui est encore énorme lorsqu'on prend en compte la filière d'évacuation et son coût.

En moyenne, en 2001 en France, 25% des boues vont en décharge, 60% en agriculture et 15% en incinération (Mizier, 1997). Mais depuis 2002 (Tableau 1), la décharge commence à être interdite en Europe, ce qui explique l'accroissement de la filière d'incinération (17%) et l'apparition d'autres nouvelles filières (lagunage, lits de séchage...etc). La siccité des boues

doit être de 15 à 30% pour un compostage des boues, de 25 à 35% pour l'incinération dans un four spécifique et de 15 à 30% pour les co-incinérer avec des ordures ménagères.

Afin de réduire le volume des boues, différentes solutions peuvent être mises en œuvre. Parmi ces solutions il y a la réduction de la teneur des matières sèches en digérant les boues, mais ce procédé est très lent par rapport aux techniques de séchage modernes. Trois procédés occupent la place majeure dans la déshydratation mécaniques des boues (Degrémont, 1989; Mortgat, 1998). Dans tous ces procédés, il faut ajouter des flocculants sans quoi la déshydratation ne peut pas se faire. Le but ici est de présenter les points forts et les points faibles de chaque procédé sans détailler le fonctionnement.

- Les filtres à bandes : La technique de filtration par bandes presseuses est depuis une trentaine d'années, de très loin la plus utilisée. Le filtre à bandes reçoit la boue entre deux toiles filtrantes et est comprimée au moyen de cylindres dont l'écartement diminue progressivement (Figure 2). Les boues passent ainsi d'un état liquide à un état plastique ou solide ; il y a formation d'une pâte appelée gâteau. Cette technique est particulièrement adaptée pour la déshydratation des boues de station d'épuration biologiques. Ce succès s'explique par un coût raisonnable à l'investissement et à l'exploitation, ainsi que par une relative facilité de conduite. Cependant, les performances atteintes sont généralement inférieures à celles obtenues avec un filtre presse ou une centrifugeuse.

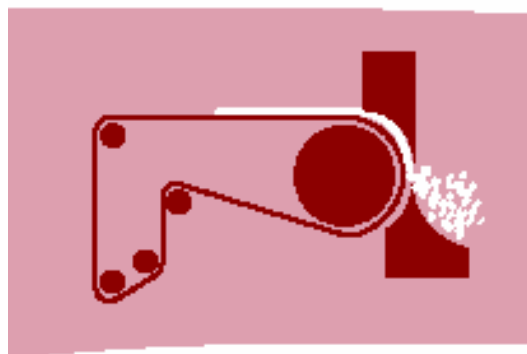


Figure 2 : Schéma simplifié d'un filtre à bande

- Le filtre presse : Ce procédé s'applique à la quasi-totalité des boues issues de l'épuration d'effluents urbains ou mixtes ainsi qu'à des nombreuses suspensions boueuses directement issues d'un processus industriel, tout en permettant un gain de siccité de 10 à 20 points par rapport aux autres techniques (McDonald, Parlin *et al.*, 1994). L'appareil est constitué d'un bâti fixe sur lequel reposent des plateaux

chambres de filtration, chaque chambre étant constituée par l'assemblage de deux plateaux consécutifs (Figure 3). Chaque plateau est recouvert sur ses deux faces d'une toile qui joue le rôle du support filtrant. La filtration est provoquée par la compression des plateaux au moyen d'un vérin hydraulique, ce qui explique le fonctionnement **discontinu** du système, ce qui est un point critique pour la filière de traitement des boues urbaines qui souffre du manque de personnel capable de surveiller en continu le procédé.

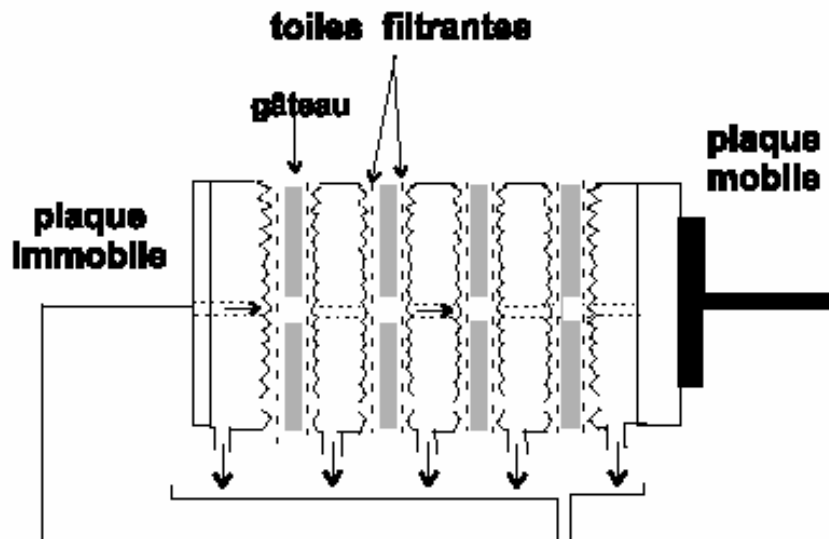


Figure 3 : Principe de filtre presse

- La décanteuse centrifuge : La machine est constituée de deux pièces maîtresses : le bol et la vis. La vis adopte la forme cylindro-conique du bol et lui est concentrique. Les deux pièces sont mises en rotation par des systèmes d'entraînement afin d'augmenter la vitesse de décantation des particules (loi de Stokes). La suspension boueuse est distribuée à l'intérieur du bol, les solides sont évacués à l'extrémité de la partie conique, tandis que les liquides débordent à l'autre extrémité. D'un point de vue financier, la décanteuse demeure peu attractive pour des stations traitant de faibles quantités de boues ($< 4\text{m}^3.\text{h}^{-1}$). En revanche pour des capacités intermédiaires ($4 \text{ à } 8 \text{ m}^3.\text{h}^{-1}$), elle entre en concurrence avec le filtre à bande, et au delà de $8 \text{ m}^3.\text{h}^{-1}$, la tendance du marché est en sa faveur (Mortgat, 1998). Ces appareils présentent l'avantage d'être **continus** et se prêtent facilement à l'automatisation complète et au fonctionnement en l'absence du personnel.

Nous voyons ainsi que les trois procédés possèdent des avantages et des inconvénients. L'inconvénient majeur des filtres est qu'ils sont des systèmes discontinus qui nécessite

d'avoir au moins un opérateur sur site pour le pilotage des machines. Les décanteurs centrifuges prennent une place de plus en plus importante dans les procédés de déshydratation des boues vu qu'ils sont des systèmes continus qui se prêtent facilement à l'automatique et présentent un faible coût d'exploitation.

2.3 Conclusion

Toutes les voies explorées dans cette analyse des connaissances et de la situation actuelle mettent en évidence un besoin de maîtrise du traitement technologique des boues. Le détail de la destination finale des boues est porté en annexe 4.

La voie la plus pertinente étant la centrifugation continue des boues, vu ses avantages au niveau de coût d'exploitation et la possibilité de complètement automatiser le procédé. Nous proposons dans ce qui suit une étude détaillée de la centrifugation des boues, en mettant l'accent sur la partie instrumentation et maîtrise de l'opération.

3 La centrifugation des boues

3.1 De la décantation statique à la centrifugation

Nous avons expliqué précédemment les lois qui gèrent la décantation statique. Par le même principe, les machines tournantes appliquent une sédimentation accélérée des particules sous l'action de la force centrifuge. Nous rappelons que selon la loi de Stokes (Rivet, 1981), les particules solides décantent sous l'action de l'accélération de la pesanteur selon une vitesse de chute v_c qui est :

$$v_c = \frac{d_p^2 * (\rho_p - \rho_f)}{18 * \eta} * g \text{ (m.s}^{-1}\text{)}$$

La méthode la plus simple pour augmenter la vitesse de sédimentation étant l'accroissement de l'accélération de la pesanteur g . La centrifugation consiste à appliquer une force centrifuge sur les particules d'une suspension boueuse pour provoquer leur décantation accélérée, aboutissant à l'obtention de deux phases : le sédiment (ou culot de centrifugation) et le centrat (liquide surnageant). Nous détaillons la théorie de centrifugation en annexe 5, dans ce qui suit nous expliquerons le détail des machines et nous discuterons l'influence des différents paramètres de fonctionnement. Nous finirons cette partie en détaillant l'instrumentation actuelle des centrifugeuses en mettant l'accent sur les points forts et les points faibles de cette instrumentation.

3.1.1 La centrifugeuse à axe horizontal

3.1.1.1 fonctionnement de la centrifugeuse

Plusieurs constructeurs sont présents sur le marché des centrifugeuses à axe horizontal, néanmoins les matériels présentent des similitudes. L'analyse ci-après propose une description de ces technologies en se référant au matériel de l'entreprise Guinard Centrifugation.

Le décanteur est généralement composé d'un bâti monobloc qui supporte dans un seul plan : paliers, carters, transmission...etc. La Figure 4 représente une centrifugeuse vue en coupe longitudinale.

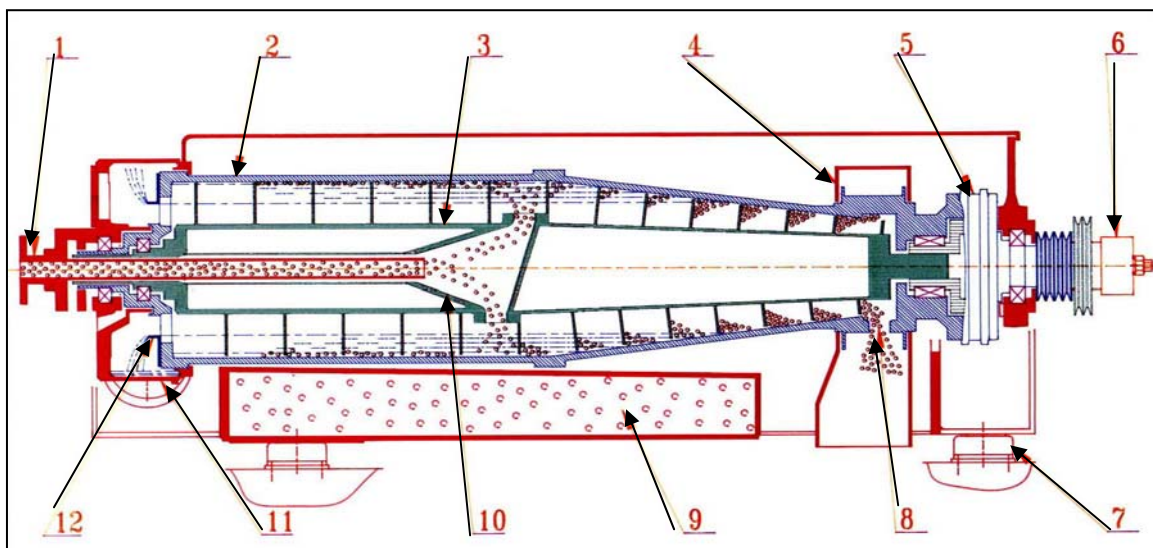


Figure 4 : Coupe longitudinale d'une centrifugeuse à axe horizontal

La légende de la Figure 4 est la suivante :

- 1) Tube d'alimentation
- 2) Bol cylindro-conique
- 3) Vis de convoyage
- 4) Carter sédiments
- 5) Réducteur
- 6) Limiteur de couple
- 7) Amortisseur
- 8) Sortie sédiments
- 9) Bâti monobloc
- 10) Distributeur
- 11) Carter effluent
- 12) Plaquettes de réglage du niveau hydraulique interne

La suspension à traiter (**boues floculées**) est introduite par la tubulure fixe (1) dans un distributeur tournant (10) qui la répartit vers la périphérie. Sous la force centrifuge les particules lourdes décantent et se déposent contre la paroi intérieure du bol (2). Elles sont

raclées par la vis convoyeuse (3) et acheminées en continu vers le cône. La vis tourne à une vitesse différentielle grâce à un réducteur (5). Les sédiments compactés dans le cône (**boues déshydratées**) sont évacués par des orifices (8). L'alimentation continue pousse le liquide qui s'évacue par le carter effluent (11). Ce liquide, généralement appelé **centrat**, sort par des déversoirs (12) constitués par des plaquettes de niveau réglable. Toutes les pièces en contact avec le produit sont en inox. Le filet de la vis ainsi que les orifices d'éjection du sédiment sont recouverts de carbure de tungstène en poudre, ou de tuiles elles-mêmes recouvertes de carbure de tungstène. Le carbure de tungstène sert à protéger la vis contre l'abrasion. Des profils de vis variés permettent d'améliorer le transport des solides, sans que des connaissances formalisées n'exposent les mécanismes sous jacents. La conception des centrifugeuses est encore à un niveau empirique. Nous proposons dans la suite d'exposer la méthode généralement utilisée pour évaluer les performances des décanteurs et nous discuterons l'influence des différents paramètres de conception et de pilotage sur ces performances.

3.1.1.2 Evaluation des performances des décanteuses centrifuges :

L'évaluation du bon niveau de fonctionnement d'une décanteuse continue est quantifiée par la détermination de la capture des matières insolubles ou matières en suspension.

Le taux de capture (T_c exprimé en %) ou encore appelé rendement d'extraction est déterminé à l'aide de trois paramètres mesurés au cours du traitement. La relation mathématique la plus rencontrée dans la littérature (Degrémont, 1989; Beyer, 1995; Karolis et Stahl, 1996; Audibert, 1997) tient compte de :

- C_a : Concentration en matières en suspension du produit à l'alimentation (boues), en pourcentage de matières en suspension.
- C_s : Siccité du sédiment (boues déshydratées) en pourcentage de matières sèches totales.
- C_c : Concentration en insolubles (MES) résiduels dans le liquide (centrat).

L'expression de taux de capture est alors
$$T_c = \frac{C_c * (C_s - C_a)}{C_a * (C_s - C_c)} \quad (\%)$$

Les différents paramètres de cette relation sont obtenus expérimentalement au laboratoire :

- 1- Par centrifugation pour C_a .
- 2- Par filtration sur fibre de verre pour C_c .
- 3- Par étuvage à température constante 105°C pour C_s .

Actuellement, les décanteuses fonctionnent avec des rendements supérieurs à 95% (donnée de l'entreprise Guinard Centrifugation). L'objectif de l'exploitant d'une station d'épuration est d'obtenir le rendement maximum qui garanti une bonne siccité des boues et une clarification poussée du centrat avec une consommation minimale de polymère.

3.1.1.3 Caractéristique hydraulique de la machine

- Structure du bol

La géométrie du bol est induite par :

- Le diamètre du bol côté cylindre,
- Le diamètre du bol en sortie du cône,
- La longueur totale du bol,
- L'angle de conicité.

En ce qui concerne la partie cylindrique du bol, les constructeurs des décanteuses parlent généralement du rapport "Longueur du bol / Diamètre". Les valeurs actuelles de ce rapport sont comprises entre 2,5 et 4. Toutefois des machines "nouvelle génération" apparaissent avec un rapport L/D voisin de 5. L'intérêt d'un tel allongement réside dans l'amélioration de l'efficacité de la séparation grâce à une meilleure stabilisation du profil des écoulements ainsi qu'une augmentation des débits nominaux. L'amortissement possible des perturbations créées à l'alimentation a une incidence bénéfique sur le débit traité, la clarification et la consommation énergétique.

L'angle de la partie conique du bol est fonction du type de produit à traiter. Il est possible de travailler avec un angle fort (11°), ou lorsque l'extraction des sédiments s'avère difficile, on utilise un angle faible (6° ou 7°). L'influence de l'angle de conicité est fondamentale en ce qui concerne la clarification des boues à faible cohésion (Reif et Stahl, 1989). En effet, lorsque le sédiment entre en zone conique, il est soumis à une force de reflux d'autant plus faible que l'angle du bol est réduit. Cette force dépend aussi de l'intensité du champ centrifuge. Elle est maximale lorsque le sédiment sort de l'anneau liquide. A cet endroit, la cohésion de la boue déshydratée doit être préservée, sinon l'extraction se fait mal. Les effets du cisaillement refoulent les solides décantés vers la partie cylindrique, provoquant alors une chute importante du rendement d'extraction.

- Le rotor

Les centrifugeuses se distinguent selon les cheminements respectifs du sédiment et du centrat, trois configurations sont possibles : contre-courant, co-courant et rotor ployvalent. La configuration qui nous intéresse dans le cadre de cette étude est celle à contre-courant puisque c'est sur ce modèle que les essais seront effectués.

La Figure 5 présente le flux de matière dans le cas de traitement par contre-courant. Il en ressort:

- une meilleure adaptation aux boues plus concentrées ;
- une abrasion plus localisée (uniquement dans la partie conique)
- une capacité hydraulique plus importante (mais avec un risque d'une moindre clarification due aux turbulences).

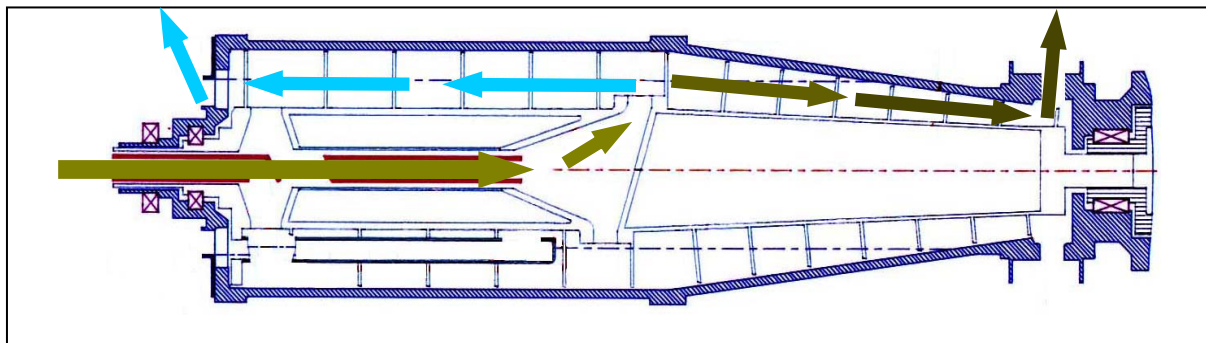


Figure 5 : Centrifugeuse avec système contre-courant

- Vis d'extraction

La vis est l'élément essentiel pour l'extraction des boues, c'est elle qui va entraîner les sédiments vers la sortie, ou bien (suivant les conditions de travail) retenir le produit en se posant comme barrage à la poussée hydraulique induite par la force centrifuge.

Ainsi les caractéristiques de la vis : le filet et le pas, ont des incidences directes sur le rendement du traitement. Il arrive que le filet de celle-ci ne soit pas plein, mais ajouré tout au long de la partie cylindrique, ce qui induit une moindre perturbation pour l'évacuation des sédiments.

Le développement des vis est donc capital pour améliorer les performances des décanteuses. Ainsi, on voit apparaître actuellement de nouvelles vis qui augmentent le temps de séjour des boues à l'intérieur du bol. Les boues subissent donc pendant plus longtemps la force centrifuge qui les "presse" sur la paroi interne du bol.

La vis étant la pièce la plus soumise à l'abrasion, c'est elle qui reçoit la protection la plus

importante. Elle est recouverte soit d'un dépôt de carbure de tungstène en poudre, soit de tuiles, elles-mêmes protégées par des carbures.

3.1.2 Analyse des paramètres de fonctionnement interne et de l'influence des variables opératoires d'une décanteuse

- L'anneau liquide

La hauteur de l'anneau liquide est réglable par déplacement de plaquettes qui glissent sur des ouïes de reprise aménagées sur le plateau bol, en tête de la zone cylindrique. Ce paramètre est le premier à traiter. Il est essentiel quant au comportement de la décanteuse vis à vis du produit. Un anneau liquide mal ajusté peut entraîner des problèmes d'extraction des sédiments hors de la centrifugeuse.

La géométrie des ouïes de sortie du liquide est importante pour la qualité de séparation (Litvine, 1989), en général les meilleures performances sont obtenues avec des ouïes internes circulaires sur 360°.

La hauteur de l'anneau liquide détermine les plages d'essorage et de clarification dans le bol (Litvine, 1989). Un anneau liquide bas favorise la siccité en dégageant une plage d'essorage en zone sèche. Il faut cependant obtenir un sédiment suffisamment consistant, à la sortie de l'anneau liquide, pour vaincre l'effet prolongé de la force de reflux à la conicité du bol. Pour améliorer la siccité, certains constructeurs proposent même une double conicité en zone d'essorage.

Un anneau liquide faible diminuera le volume de boues contenu dans la machine, ce qui réduira la pression hydraulique, et donc augmentera le couple d'extraction, car c'est la vis seule qui évacuera les sédiments.

Lorsque le sédiment est trop fluide, donc sensible au phénomène de reflux en zone sèche, il y a avantage à choisir un niveau liquide haut, de façon à réduire le plus possible la plage d'essorage (Karolis et Stahl, 1996). Extraction et clarification sont améliorées au détriment de la siccité. Toutefois un anneau trop important augmente la pression hydraulique et peut entraîner les boues vers la sortie, surtout si la vitesse du bol est importante (Beyer, 1995).

Le réglage de l'anneau liquide doit tenir compte du compromis entre la siccité des boues déshydratées et les matières en suspension comprises dans le centrât, c'est un des paramètres le plus critique pour le pilotage des centrifugeuses.

- La vitesse du bol

La sédimentation des particules est directement proportionnelle au carré de la vitesse de rotation du bol. Actuellement, les champs atteints sont de l'ordre de 2000 à 2500 g pour les

plus grosses machines, et entre 3000 et 4000 g pour les plus petites.

Une augmentation de la vitesse du bol améliorera donc la séparation du produit, clarifiant le centrat et compactant la matière sèche. Toutefois il existe généralement une valeur limite au-delà de laquelle les particules ont tendance à refluer au niveau du cône (Beyer, 1995).

- La vitesse relative

C'est la vitesse différentielle entre le bol et la vis convoyeuse qui permet d'extraire plus ou moins vite les sédiments. Elle devra être d'autant plus élevée qu'il y a de matière solide à évacuer. Une formule permet de déterminer la vitesse relative connaissant la vitesse absolue (vitesse du bol V_a), la vitesse secondaire (V_s), et le rapport de réduction K .

$$V_r = \frac{(V_a - V_s)}{K} \text{ (tr.min}^{-1}\text{)}$$

Une augmentation de la V_r améliore jusqu'à un certain seuil la clarification, mais diminue le couple de convoyage et la siccité. Au contraire un abaissement de la V_r augmente le temps de séjour des sédiments dans le bol, et en particulier dans la zone de séchage, assurant ainsi de meilleures siccités, mais aussi un centrat plus chargé.

En plus de ces trois paramètres opératoires il existe un certains nombres de paramètres indépendants de la machine dont l'influence est détaillée dans ce qui suit.

3.1.3 Facteurs extérieurs influents sur le fonctionnement des décanteurs

- Le produit à traiter

Outre le fait que la décanteuse fonctionne différemment suivant que l'on traite de la caséine, des résidus pétrochimiques, des boues de station d'épuration ou bien des boues de papeteries, il convient de mettre ici l'accent sur les caractéristiques des différentes boues urbaines et de leurs conséquences sur le traitement. Nous avons expliqué au début de cette partie la grande variabilité des boues rencontrées sur une station d'épuration, nous reviendrons ici sur les points qui nous paraissent les plus importants.

Pour une bonne séparation des produits à l'intérieur de la centrifugeuse, la densité des solides doit être supérieure à la densité du fluide porteur (Stadager et Stahl, 1995) ; ceci n'est pas toujours le cas pour les boues biologiques ce qui peut induire la présence des solides dans le centrat.

Le facteur qui a le plus d'influence sur le procédé de centrifugation est le coefficient de friction des particules solides sur le bol. Malheureusement, il n'existe pas de technique de laboratoire adaptée à la mesure de ce coefficient. Reif et Stahl (1988) ont montré qu'à partir

d'un modèle mathématique simple se basant sur la mesure de la concentration des boues, de la vitesse de rotation et du couple d'extraction, on peut remonter au coefficient de friction. Ce modèle a été validé pour le PVC, les essais de validation sur les boues n'étaient pas concluants. Ce paramètre est difficilement maîtrisable sur une station d'épuration, ce qui rend la maîtrise du procédé de centrifugation de plus en plus difficile.

- Influence du polymère et de son dosage :

La floculation des boues permet l'agglomération des petites particules afin de faciliter la séparation avec le fluide porteur (Faust et Gösele, 1986). Les particules agglomérées arrivent au niveau du distributeur et subissent une accélération instantanée créant une grande turbulence. Elles se dispersent et ont besoin d'un temps de séjour long pour se ré-agglomérer (Gösele, 1980; Bell et Brunner, 1983). Il est établi que la dénaturation des floes dépend essentiellement de la vitesse du bol et de la position du tube d'admission du produit (Bell et Brunner, 1983). Cette notion n'est pas prise en compte lors de tests laboratoires de sélection des polymères définis par la WERF (*cf.* annexe 3). L'industriel Guinard Centrifugation a su, par son expérience dans le domaine de traitement des boues, développer une méthode au laboratoire simple pour estimer la dénaturation des floes dans la centrifugeuse. Après le test de floculation dans un bécher, les floes sont cisailés à l'aide d'une spatule. Si les floes résistent à cette force de cisaillement, on en conclut que le floeculant est adapté pour une utilisation dans les centrifugeuses, sinon on recommence le test avec d'autres types de floeculant. Il convient par la suite de faire des tests grandeur nature de la floculation des boues. Ces tests servent à déterminer la dose optimale de polymère à ajouter afin d'avoir un bon rendement de la machine. L'ajout de polymère réduit aussi la consommation énergétique de la centrifugeuse (Chu et Lee, 2002). Tous les éléments expliqués ici rendent le contrôle de la dose ajoutée prioritaire pour l'exploitant.

- Influence du débit massique

Au-delà du fait que le débit d'alimentation est un des premiers facteurs influents sur le choix du type de machine (et donc sur la gamme de débit assimilable par chaque type), une modification de ce paramètre a un double impact :

- un changement de la quantité d'eau dans la machine, et il existe donc des conséquences hydrauliques
- une modification de la quantité de matières sèches (MS) entrantes, donc des conséquences sur les quantités à extraire.

Ainsi, si une concentration initialement élevée en MS est un facteur favorable, il n'en reste pas moins que celle-ci ne doit pas dépasser une valeur limite au-delà de laquelle l'extraction des boues par la vis devient difficile, et la diffusion des floculants est amoindrie par une trop grande viscosité.

A l'opposé, une teneur initiale trop faible aura pour conséquences une moins bonne siccité des boues déshydratées, une consommation énergétique plus importante et demandera en plus des grandes quantités de floculant pour arriver à une siccité correcte.

- Influence du couple d'extraction :

Les sédiments centrifugés sont plaqués contre la paroi du bol. La vis convoyeuse draine les boues déshydratées vers le carter sédiment. Il existe donc un couple d'extraction (C_e) entre vis et bol, et celui-ci est égal au couple secondaire (C_{es}) multiplié par le rapport du réducteur K.

Le couple secondaire est déterminé par la mesure de l'angle de torsion d'un anneau élastique au moyen de capteurs et d'un module électronique.

Il est indispensable de mesurer ce couple. Il permet de surveiller le bon fonctionnement de la centrifugeuse et il sera calibré en fonction du couple maximal admissible par le réducteur, d'où une protection contre la rupture.

La mesure en continu du couple permet la mise en place de sécurités mais également la possibilité d'installer la régulation de ce couple par action automatique sur la vitesse relative (annexe 6).

Logiquement plus le couple est fort, plus la matière sèche de sédiment en sortie est importante. Il est donc primordial de pouvoir maintenir en permanence un couple optimal de fonctionnement et ainsi obtenir des performances maximales. Après une période de travail en pilotage manuel de la décanteuse, la démarche classique consiste à déterminer le couple optimal de fonctionnement et d'en faire une consigne de régulation à travers un régulateur PID (annexe 6). Nous reviendrons plus tard sur ce système de contrôle des centrifugeuses pour le détailler.

3.1.4 Conclusion :

Comme expliqué précédemment plusieurs facteurs influent sur le fonctionnement des décanteurs à axe horizontal. Nous avons trouvé dans la littérature une seule étude (Tableau 2) intéressante qui récapitule l'influence des différents paramètres internes ou externes sur le fonctionnement de la centrifugeuse (Reif, Langeloh *et al.*, 1990). L'influence des paramètres du produit, du pilotage et de la conception sur les résultats de centrifugation est étudiée dans

le Tableau 2. Les auteurs ont choisi de caractériser le fonctionnement par le taux de capture, la siccité, le convoyage des sédiments, le couple, la consommation électrique et la destruction des produits. La légende du Tableau 2 est la suivante :

↑ : Grande influence positive.

↓ : Grande influence négative.

↗ : Influence positive.

↘ : Influence négative.

→ : Il existe une influence non négligeable (le sens n'est pas précisé)

● : Existence d'un optimum.

- : Difficile à étudier (dont les connaissances ne sont pas exploitables)

Tableau 2 : Étude qualitative de la réponse des centrifugeuses aux différents paramètres (Reif, Langeloh *et al.*, 1990)

| Résultats | Taux de capture | Siccité | Convo- yage | Couple | Consommation d'énergie | Destruction du produit |
|--|-----------------|---------|----------------|--------|---------------------------|---------------------------|
| Paramètres du produit | | | | | | |
| Taille des particules | ↑ | ↓ | ↗ | ↘ | → | → |
| Viscosité dynamique | ↘ | ↗ | → | ↗ | - | - |
| Tension de surface | - | ↗ | ↘ | ↗ | → | → |
| Densité des solides | ↗ | - | - | - | - | - |
| Densité des liquides | ↘ | ↘ | - | 0 | 0 | - |
| Paramètres de pilotage | | | | | | |
| Débit des boues | ↘ | ↗ | 0 | ↗ | ↗ | ↗ |
| Concentration des boues | ↘ | - | - | ↗ | ↗ | - |
| Nombre de g | ↗ | ↘ | ↗ | ↗ | ↗ | ↗ |
| Vitesse relative | ↘ | → | ↘ | ↘ | → | ↗ |
| Anneau liquide | ↗ | ↗ | → | ↘ | → | ↘ |
| Paramètres de construction | | | | | | |
| Angle du cône (sortie sédiments) | - | ↘ | ↘ | ↗ | → | ↗ |
| Angle de la vis | ↗ | ↘ | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Angle des couteaux de la vis | - | - | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Longueur de la partie cylindrique | ↗ | - | - | ↗ | ↗ | → |
| Longueur du cône | - | ↘ | ↘ | ↗ | ↗ | ↗ |
| Profil du cône | - | - | ↗ | ↗ | ↗ | ↗ |
| Profil de la vis dans la partie conique | ↘ | - | - | ↗ | ↗ | → |
| Profil de la vis dans la partie cylindrique | - | ↗ | - | - | - | - |

A partir de ce tableau et de l'étude bibliographique qui précède, nous proposons dans la Figure 6 une représentation en diagramme de l'influence des différents paramètres de l'opération. Nous avons sélectionné les paramètres qui nous paraissent les plus pertinents pour le pilotage de la centrifugeuse : la vitesse du bol, la vitesse relative, la hauteur de l'anneau liquide, le couple d'extraction, le débit des boues et le débit de polymère. Nous avons choisi de caractériser les performances des centrifugeuses par la siccité des boues, la concentration du centrat et la consommation d'énergie.

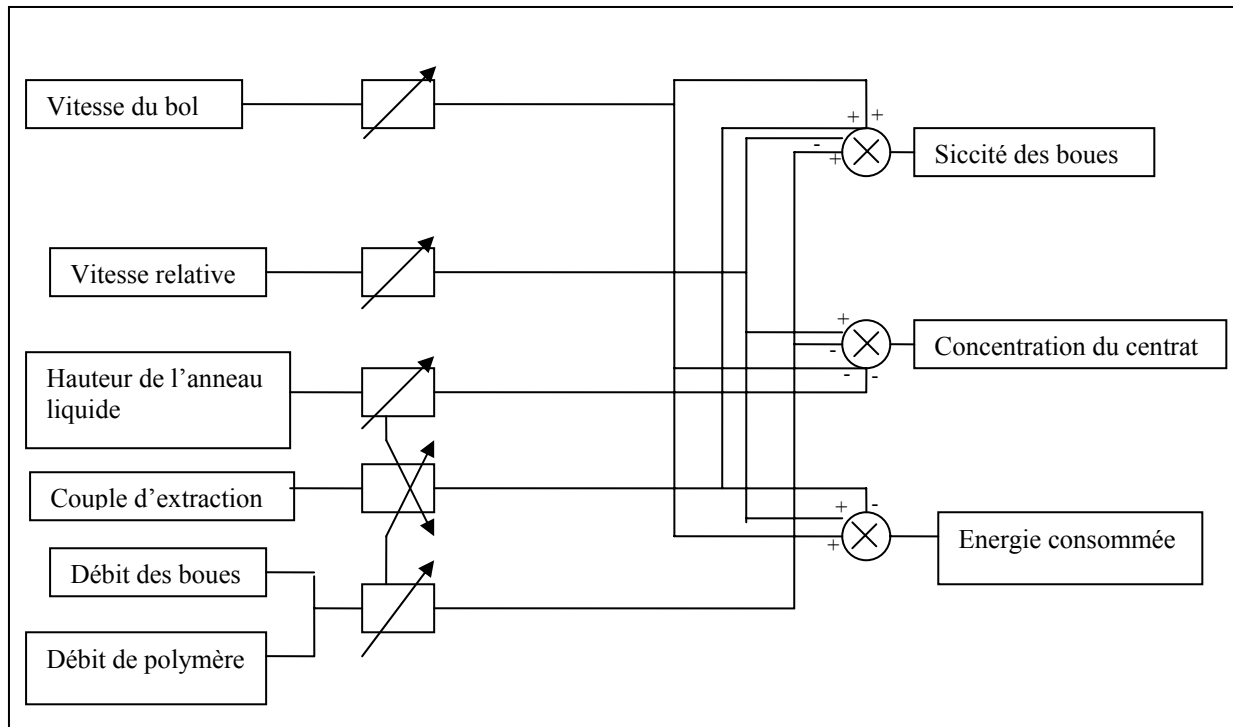


Figure 6 : Représentation de diagramme d'influence des différents paramètres.

Ce diagramme représente toute notre compréhension du procédé tirée de la bibliographie. Tous les paramètres se chevauchent et présentent parfois des influences réciproques. Ceci témoigne de la complexité du procédé abordé dans cette étude.

Afin de faire plus simple, nous proposons dans la Figure 7 un diagramme d'influence en créant des liaisons entre les différents paramètres opératoires, ainsi nous avons créé des fonctions intermédiaires que nous avons reliées aux critères de caractérisation du fonctionnement de la centrifugeuse. Nous avons ajouté un nouveau paramètre qui est la concentration des boues, vu que ce paramètre peut être piloté en modifiant les conditions de traitement dans les bassins d'épuration.

Les fonctions F1, F2 et F3 sont inconnues dans la littérature. Dans ce diagramme nous avons présenté l'effet de l'augmentation des différents paramètres. Comme nous pouvons le remarquer, l'influence sur l'efficacité du traitement est un compromis entre les différents réglages. Néanmoins, dans le cas de l'entreprise Guinard Centrifugation le critère de consommation de polymère est plus important que l'énergie consommée, nous rappelons sur la Figure 7 que ce paramètre fait partie des objectifs du traitement.

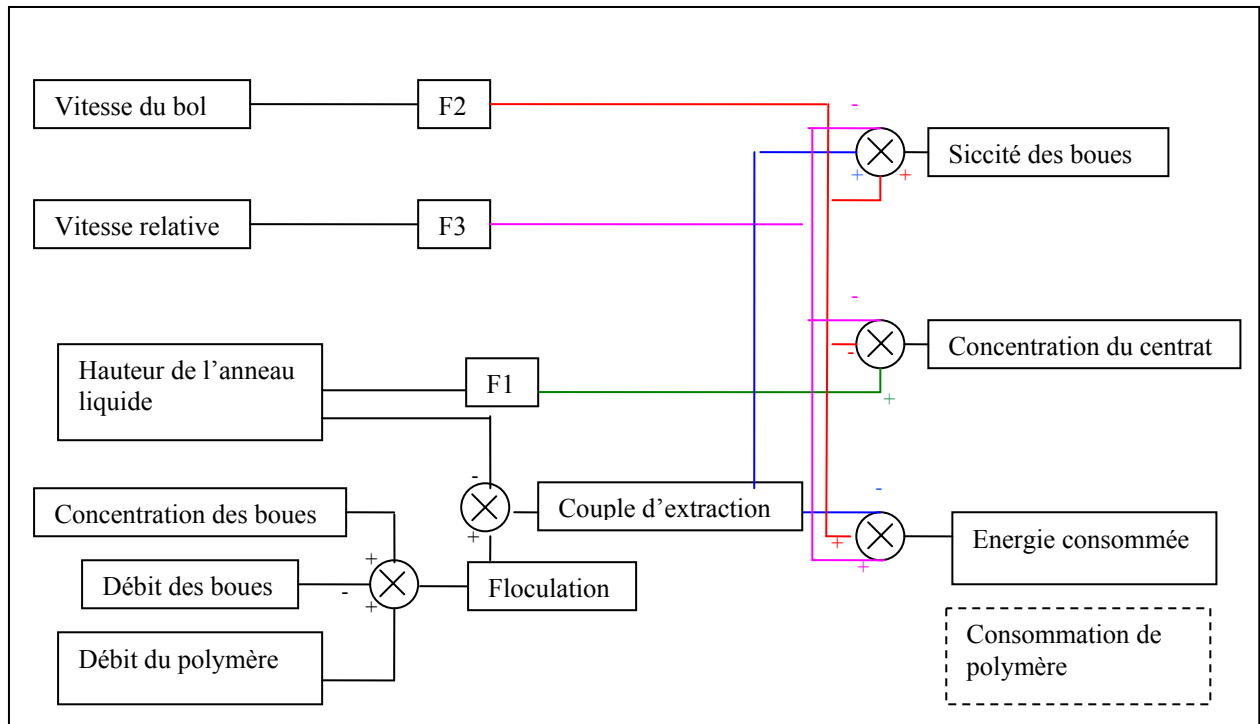


Figure 7 : Diagramme d'influence des paramètres de fonctionnement

La connaissance de la siccité des boues déshydratées et de la concentration du centrat permettra une optimisation du fonctionnement des centrifugeuses. Un besoin d'instrumentation est donc évident pour pouvoir maîtriser cette opération de déshydratation mécanique.

Nous proposons dans la suite une étude de l'instrumentation actuelle des centrifugeuses.

3.2 Instrumentation des centrifugeuses

Comme nous l'avons analysé précédemment, la centrifugeuse a besoin de régulation en ligne. Ces dernières années plusieurs techniques ont été développées pour assurer un fonctionnement autonome de la centrifugeuse.

Elaborés sur la base de l'instrumentation, ces stratégies d'amélioration des performances de la centrifugeuse se divisent en deux grands groupes : une instrumentation interne et une instrumentation externe (Wallace, 1996).

L'entreprise Baker Hugues, constructeur de centrifugeuse américain, a déposé en 1996 un brevet regroupant toutes les idées d'instrumentation possible de la centrifugeuse, même les solutions les plus irréalistes (caméra à l'intérieur des centrifugeuse, mesure de la hauteur de l'anneau liquide par stroboscopie... etc) (Wallace, 1996) . Ces idées sont certes intéressantes mais aucun travail d'application de ces contrôles en ligne n'est recensé dans la littérature. Nous regrouperons dans ce qui suit les solutions d'instrumentation qui nous paraissent les

plus pertinente pour le suivi en ligne des paramètres de pilotage et l'amélioration des performances des machines.

3.2.1 Instrumentation interne

- Mesure de la vitesse du bol

Cette mesure est devenue accessible par l'utilisation des variateurs de fréquence (Beyer, 1995), elle donne l'information directe de la vitesse de rotation du bol en tr.min^{-1} .

- Mesure de la vitesse relative

La mesure de la vitesse différentielle entre le bol et la vis se fait indirectement. En effet, nous mesurons la vitesse du moteur secondaire par le variateur de fréquence de ce dernier.

La vitesse relative est obtenue par un calcul simple, utilisant la vitesse du bol (V_a), la vitesse secondaire (V_s) et le rapport de réduction K :

$$V_r = \frac{(V_a - V_s)}{K}$$

L'ajustement de la vitesse relative est indispensable pour une bonne séparation du produit.

- Mesure du couple :

Un couple résulte de l'application de forces à un bras de levier et sa mesure fait appel aux mêmes principes (Asch, 1998). La mesure du couple, fréquente sur des pièces en rotation pose problème pour le transfert de l'information quand le capteur est mobile. Dans le cas de la centrifugeuse, on mesure non pas le couple moteur sur la partie mobile, mais le couple de réaction s'exerçant au niveau du réducteur.

Il y a encore quelques années la mesure du couple passait par la mesure de la torsion d'un anneau élastique (Figure 8).

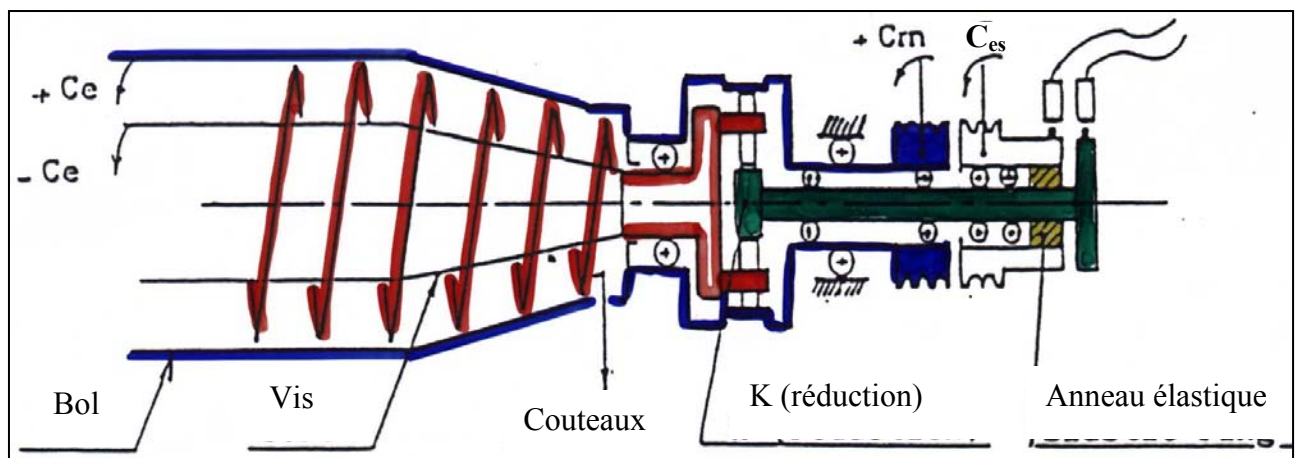


Figure 8 : Principe de mesure du couple par la torsion d'un anneau élastique

Dans ce principe, on mesure C_s qui est le couple secondaire mesuré par la torsion de l'anneau élastique sur l'arbre d'entrée du réducteur. Le couple d'extraction produit entre la vis et le bol est obtenu par la formule $C_e = C_{es} * K$ avec K rapport de réduction

Les technologies modernes permettent de mesurer le couple directement par l'intermédiaire du variateur de fréquence du moteur secondaire (moteur de la vis). Cette mesure du couple est rendue intéressante par l'étude de corrélation entre sa valeur et le coefficient de frottement des boues (Leung, 1998).

La mesure du couple est généralement utilisée pour le contrôle en ligne de la siccité des boues, nous détaillerons cette méthode de contrôle dans la partie 3.

- Dispositif interne de destruction des cellules vivantes : Lystrate Device (Otte-Witte, Wuensch *et al.*, 2000)

Ce dispositif innovant se place à l'intérieur de la centrifugeuse, il est inventé par la société Baker Hugues (brevet N° DE 165 021 856). L'appareil sert à détruire les micro-organismes contenus dans une boue après son passage dans un boîtier contenant un batteur spécial qui fonctionne avec l'énergie cinétique fournie par la centrifugeuse. La destruction des cellules vivantes facilite a priori la déshydratation des boues. Mais il n'existe aucune donnée chiffrée communiquée sur ce système, ce qui laisse un doute sur l'efficacité de l'appareil.

Les essais effectués sur la station d'épuration de Prague et présentés par la société Baker Hugues indiquent que ce système est efficace pour gagner de l'électricité par le rendement accru des biogaz, pour augmenter la charge massique des centrifugeuses, pour augmenter la siccité des boues déshydratées, et enfin pour diminuer la consommation de polymère. Les données du constructeur sont impressionnantes sur un tel système, mais le peu d'étude rencontrée ne permet pas de juger la fiabilité de cet instrument.

- Système de contrôle du niveau de l'anneau liquide : Varipond® (Beyer, 2000)

Le constructeur de matériel Westfalia s'est penché sur le problème de régulation des centrifugeuses par temps de pluie. En effet, les boues contiennent, alors, en général de 30 à 40% de volume de sable en plus que pendant les périodes normales ; ce qui augmente considérablement la siccité des boues déshydratées.

La solution consiste à mettre en face des ouïes circulaires de sortie centrées, un barrage mécanique ajustable qui peut se déplacer de façon axiale et ainsi diminuer ou augmenter le niveau liquide dans la centrifugeuse selon les besoins du traitement. Le point fort de ce

système est que le barrage mécanique permet un réglage en marche de l'anneau liquide, il forme un flux de résistance à la sortie du centrat et définit bien un nouvel anneau liquide à l'intérieur de l'enceinte de centrifugation. Cet appareil sert donc au contrôle du fonctionnement de la centrifugeuse.

Ce système est adaptable à n'importe quelle centrifugeuse avec une capacité hydraulique de 2 à 250 m³.h⁻¹. En se référant aux documents du constructeur (aucune donnée chiffrée des essais n'est communiquée), ce dispositif a permis sur le site de Newark aux Etats Unis (New York) un gain énergétique de 50%.

3.2.2 Instrumentation externe

Nous regroupons ici des solutions d'instrumentation proposées qui se trouvent à l'extérieur de la centrifugeuse (dans l'environnement des machines).

- Mesure de la siccité des boues déshydratées

La société Pier-electronic (2000) propose une mesure directe de la siccité des produits solides par un système optique. Le système est composé d'une source de lumière infrarouge de longueur d'onde réglable entre 1000 et 3000 nm, et d'un photo collecteur muni d'un miroir concave capable de focaliser les ondes réfléchies sur la surface du solide. Des études montrent qu'une relation existe entre l'intensité de lumière réfléchie et l'humidité de surface du produit. Ceci est vrai pour les produits qui contiennent très peu d'eau.

Cette mesure a été validée sur les boues de papeterie (peu humides), mais jamais appliquée dans le cas des boues urbaines (qui contiennent beaucoup d'eau).

- Mesure des MES du centrat

- Les turbidimètres :

D'après la norme AFNOR NF T90-033, de juin 1992, la turbidité est la réduction de la transparence d'un liquide due à la présence de matières non dissoutes. La mesure de ce paramètre appréhende la teneur en matériaux légers en suspension dans un fluide. C'est un principe fréquemment mis en œuvre en fermentation (suivi de biomasse), mais dont les performances ne sont pas toujours appropriées aux problèmes posés.

La mesure de la turbidité repose sur la réflexion et la transmission d'une lumière infrarouge (généralement à 860 nm) à travers un liquide (on distingue turbidimétrie et néphélométrie

selon que la transmission est mesurée avec une incidence de 90 ou 180° de l'émission). L'application de cette mesure pour le centrat est possible mais présente des problèmes d'encrassement (Mizier, 1998). Cette mesure ne dépend pas uniquement de la quantité de matière en suspension contenue dans le liquide, mais également de l'indice de réfraction des particules, de la granulométrie, de l'angle de mesure et de la longueur d'onde utilisée (Frost et Huber, 1997). Ce qui rend cette mesure difficile à mettre en œuvre en situation réelle où nous ne maîtrisons pas les différents facteurs d'influence. Le marché actuel des instruments de mesure propose plusieurs sondes adaptables au procédé, ces sondes présentent des performances assez discutables. Nous proposons dans la partie 4 de ce document une étude détaillée de quelques sondes de turbidité dans le cadre de la recherche de mesure sur le centrat.

○ Le centriveil® : (Audibert, 1997)

Cet appareil a été développé par la société Degremont, afin de mesurer la concentration du centrat à la sortie de la centrifugeuse.

La mesure retenue ici est l'absorption de la lumière infrarouge, qui est une représentation indirecte de la concentration en matières en suspension du milieu mesuré. La mesure de l'absorption de la lumière infrarouge dans un centrat est une opération délicate : le centrat contient en permanence d'importantes quantités de mousses qui interfèrent sur la mesure. Il est donc impératif de s'affranchir de ces perturbations afin d'obtenir une mesure fiable. C'est pour cette raison que la société Degremont a développé un appareillage appelé « skid de préparation » dont l'objectif est double :

- préparer en continu le centrat à analyser en le débarrassant des micros bulles et des mousses, sans en altérer la représentativité en matières en suspension.
- assurer un nettoyage périodique automatique des constituants du skid.

Un échantillon de centrat est amené par pompage dans un étage de préparation, puis est transféré dans l'étage mesure avant d'être évacué. La mesure des matières en suspension est effectuée par un transducteur optique.

Après plusieurs essais et installation en ligne, cet appareil a présenté plusieurs défaillances, notamment un problème répétitif de colmatage à l'intérieur de la chambre de mesure. L'information du centriveil® est utilisée pour la régulation de la pompe polymère via un régulateur PID, afin de maintenir le taux d'ajout de floculant à la dose minimale requise pour une bonne clarification. D'après les tests effectués en 1997, la consommation de polymère a chuté de 30%, tandis que la charge massique de la centrifugeuse a augmenté de 20%. Aucune

donnée chiffrée n'est communiquée pour des essais réels sur site. Il est difficile dans notre cas de juger quant à la fiabilité de ce capteur, les communications publiées sont insuffisantes pour trancher.

- Mesure de la floculation :

La solution d'instrumentation la plus adaptée au contrôle en ligne des décanteurs réside dans la mesure du taux de floculation qui reste le paramètre le plus influent sur le fonctionnement des machines (Beyer, 1995; Leung, 1995; Dentel, Abu-Orf *et al.*, 2000; Chen, Yue *et al.*, 2002). Nous proposons ici une étude des différents principes de mesures développés au cours de la dernière décennie.

- Le SCD[®] : Streaming Current Detector

Deux méthodes permettent de connaître l'état des charges des colloïdes :

- la mesure électrophorétique par le potentiel Zêta,
- la mesure électrocinétique par le Streaming Current.

Si la mesure du potentiel Zêta demeure une mesure ponctuelle de laboratoire, le Streaming Current présente l'avantage d'être une mesure continue. Les premiers appareils de mesure du streaming current ont été introduits sur le marché en 1966 (Gerdes, 1966). Des études récentes ont montré qu'il existe une très bonne corrélation entre ces deux méthodes de mesure (Gerdes, 1966; Abu-Orf et Dentel, 1994; Walker, Kirby *et al.*, 1996).

Le SCD[®] mesure instantanément entre deux électrodes le courant électrique généré par les contre-ions des colloïdes, déstabilisés cycliquement par le cisaillement des colloïdes dans l'interstice entre le piston mobile et la chemise (Figure 9).

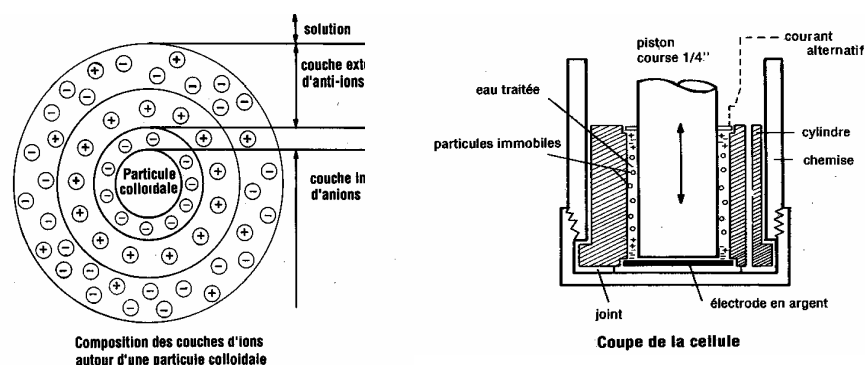


Figure 9 : Principe de mesure du Streaming Current

Ce courant alternatif est amplifié, redressé, lissé et représente l'état des charges des colloïdes exprimé en unités SC selon le principe suivant :

- un affichage négatif signifie un excès de colloïdes chargés négativement,

- 0 correspond à une parfaite neutralité des charges,
- un affichage positif traduit un excès de cations.

En général les boues d'épuration urbaines possèdent un potentiel négatif (Abu-Orf et Dentel, 1994). Au cours du conditionnement avec du polymère, le streaming current augmente, jusqu'à une valeur nulle, pour ensuite prendre des valeurs positives. On montre par l'utilisation d'une caméra CCD pour mesurer la taille des floccs, que la floculation la plus adaptée à la déshydratation mécanique d'une boue urbaine, présente une valeur nulle du streaming current (Dentel et Abu-Orf, 1994; Homeyer, Krentz *et al.*, 1999). Les mêmes études ont montré que les streaming current des boues flocculées et du centrat sont identiques. C'est cette propriété qui est utilisée pour le contrôle en ligne du débit de polymère à l'entrée de la machine.

Ce type d'appareil présente l'avantage d'être simple à l'utilisation, mais il existe un grand risque de colmatage vu la taille de la chambre de mesure (quelques millimètres). Un système de nettoyage en place est fortement recommandé (Abu-Orf et Dentel, 1998). La mise en œuvre de l'appareil dans une station d'épuration demeure très difficile.

Avec le contrôle en ligne de la dose de polymère ajoutée, et vu la grande variabilité de la qualité des boues dans la même journée, Abu-Orf et Dentel (1998) affirment qu'il est possible de réaliser avec un tel appareil des économies allant de 20 à 30% de consommation de flocculant. Le peu d'études rencontrées ne nous permettent pas de juger quant à l'efficacité de l'appareil sur différentes stations d'épuration avec différentes boues.

○ Le Zenofloc[®] : « Sludge flocculation controler »

Cet appareil mesure les caractéristiques rhéologiques des boues conditionnées. Il utilise les courbes de l'effort de cisaillement en fonction du taux de cisaillement des boues flocculées comme un paramètre d'optimisation de l'ajout de flocculant (Abu-Orf et Dentel, 1994; Abu-Orf et Dentel, 1997).

Dentel *et al.*, 1997, montrent que l'effort de fléchissement initial des boues augmente avec une dose de polymère croissante. Cette découverte est utilisée pour le contrôle en ligne de la dose du polymère. Après détermination au niveau laboratoire de l'effort de cisaillement indispensable pour une bonne floculation, la régulation s'effectue par un simple régulateur PID sur le même principe que pour le SCD[®].

Les essais de cet appareil sur site ont montré une bonne fiabilité de la mesure, moins d'encrassement mais une diminution de consommation de polymère de l'ordre de 5 à 10%, ce qui rend le retour sur l'investissement de l'exploitant très limité. Encore une fois le peu

d'études rencontrées ne permettent pas de juger quant à la fiabilité de ce capteur.

3.2.3 Conclusion :

Nous venons de présenter le trajet suivi par les boues d'épuration depuis leur formation jusqu'à leur évacuation. Il existe une multitude de finalités possibles, le choix du traitement adéquat des boues d'épuration dépendra essentiellement de leur issue finale. Le procédé de centrifugation des boues est le plus utilisé dans la filière. Le réglage de ces machines est difficile et dépend des objectifs et des contraintes de l'exploitation. Certains réglages sont faits à priori, d'autres sont utilisables en réaction mais cela reste empirique. L'empirisme l'emporte sur les travaux de compréhension du procédé, aucun modèle de génie des procédés ne donne entière satisfaction.

Plusieurs auteurs se sont intéressés à l'instrumentation des décanteurs pour le contrôle de la qualité des produits à la sortie du procédé. Mais ces instruments de mesure sont peu utilisés sur les stations d'épuration qui sont généralement qualifiées de « cimetières de capteurs » (Tableau 3).

Tableau 3 : Synthèse de l'utilisation des différents capteurs

| Appareil | Mesure | Contrôle | Utilisation |
|-----------------|--|-----------------------------|--|
| Centriveil | Matières en suspension dans le centrat | PID pompe polymère | Peu d'implantation sur site, le capteur présente une mauvaise fiabilité. |
| SCD | Potentiel Zêta du centrat | PID pompe polymère | Colmatage fréquent de la chambre de mesure. Les systèmes de nettoyage sont peu fiables |
| Zénofloc | Taux de cisaillement des boues floculées | PID pompe polymère | Appareil fiable sur site mais un retour sur investissement peu intéressant pour l'exploitant |
| Pier-Electronic | Humidité des boues déshydratées | PID sur la vitesse relative | Implantation réussie sur les boues de papeterie mais aucune application sur les boues urbaines |

La très grande variabilité des matières à traiter est une difficulté intrinsèque, qui explique sans doute des limites de transfert des résultats. Cela doit interroger sur le fait que le bon problème n'a peut-être pas été abordé, donc nous avons besoin de méthode pour définir et cerner ce problème.

L'analyse démontre que l'instrumentation est limitante et mal définie. La plupart des travaux publiés s'attachent à concevoir des capteurs mais le besoin de mesure n'est pas établi auparavant. Le diagramme fonctionnel que nous avons défini permet de montrer la pertinence

d'une analyse des besoins d'instrumentation avant l'étude.

Notre approche exposée dans la partie suivante consiste à analyser le besoin de mesure sur la base de l'analyse de la conduite humaine d'une centrifugeuse et ensuite de chercher et valider des solutions de mesures pour l'acquisition en temps réels des grandeurs clés identifiées.

Partie 2 : Problématique et méthodologie résultante

Les décanteurs centrifuges sont généralement conduits de façon empirique. Il ressort de la littérature que l'étude de l'influence des différents paramètres est peu concluante et reste uniquement sur des données qualitative. La partie qui suit est un exposé de la démarche suivie lors du travail de recherche effectué au cours de la thèse. Il permettra aux différents lecteurs d'assimiler l'enchaînement des expériences et des résultats. La Figure 10 présente le logigramme de la démarche que nous proposons.

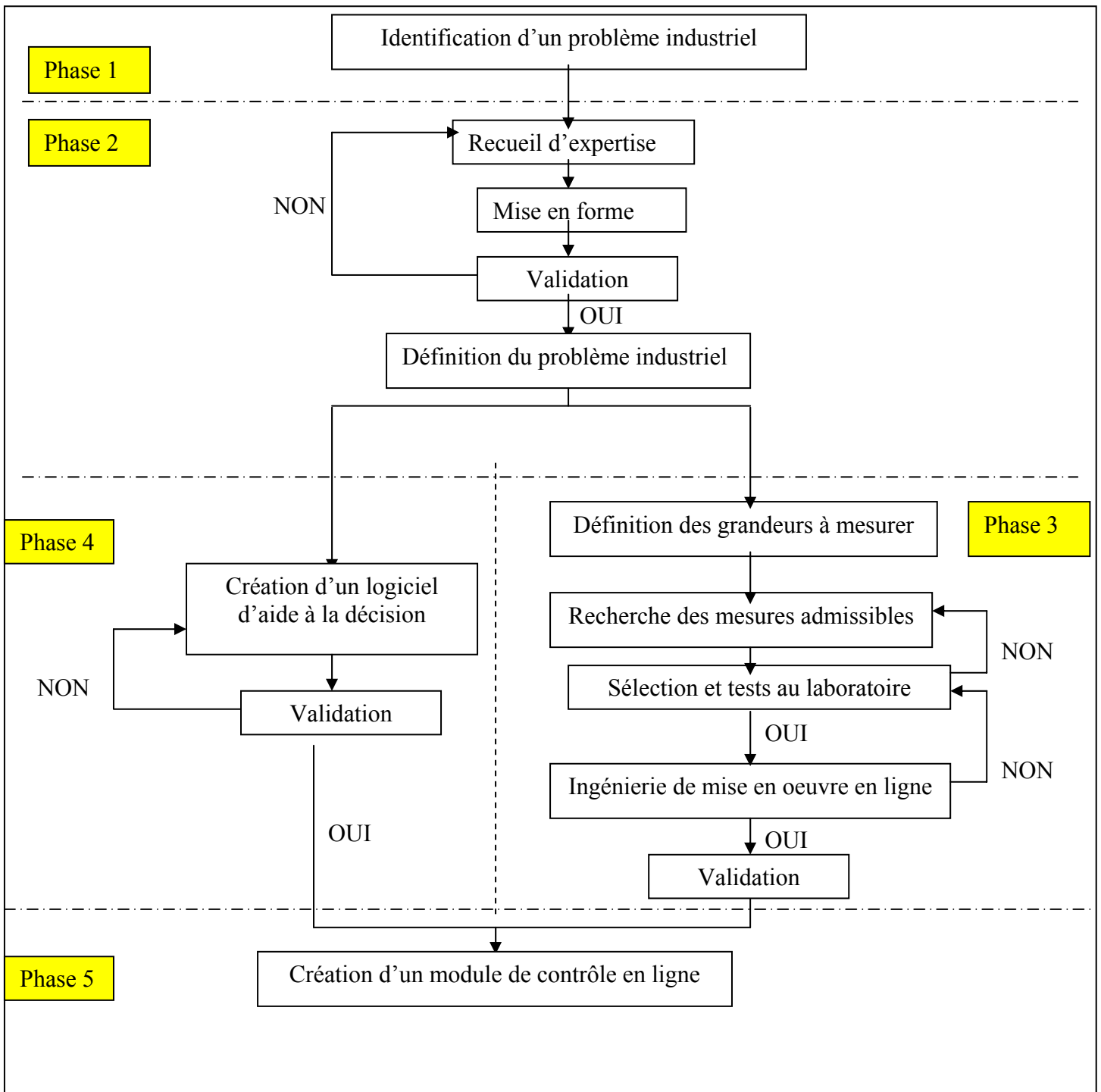


Figure 10 : Construction proposée du programme de recherche

La méconnaissance de la dynamique d'une centrifugeuse est essentiellement due à une faible instrumentation des machines. Nous proposons une étude d'une nouvelle approche d'instrumentation basée sur l'analyse de la conduite de l'opération.

Dans une étude d'instrumentation, le plus souvent la (ou les) variables concernée est supposée bien définie. Dans un contexte industriel, pour une opération aussi peu formalisée que le décanteur centrifuge cette hypothèse est douteuse. Une approche logique serait de développer les lois physiques et physico-chimiques qui régissent la décantation. En absence de données de fond sur ce plan, comme l'exprime l'analyse bibliographique du chapitre précédent, nous proposons de formaliser la conduite humaine de l'opération.

Le recueil d'expertise suivant l'identification du problème industriel nous apparaît essentiel pour développer le bon problème d'instrumentation (Figure 10 – phase 1 et 2).

Nous détaillons ci-après les caractéristiques des étapes de la méthode proposée.

1 Identification du problème industriel

Identifier le problème industriel c'est établir le ou les objectifs de l'entreprise au travers de l'étude. Paradoxalement si cette démarche a l'air simple elle s'avère trompeuse. Souvent en effet, dans la démarche industrielle se mélangent objectifs et contraintes. Nous proposons ici de séparer les deux aspects : les objectifs et les contraintes.

1.1 Les objectifs industriels

Dans le cas étudié, pour l'entreprise Guinard Centrifugation, il s'agit de réduire le volume des boues. Les décanteuses traitent les boues d'épuration afin de permettre la récupération de deux produits à la sortie : les boues déshydratées et le centrat. Le constructeur Guinard Centrifugation cherche à obtenir les rendements les plus importants possibles afin de répondre aux exigences des clients. L'objectif ne s'arrête pas à la quantité des produits à la sortie mais aussi à leur qualité. Le contrôle en ligne du rendement passe a priori par des mesures de la siccité des boues déshydratées et de la quantité des MES du centrat.

Ces deux paramètres mettent en œuvre actuellement des techniques de laboratoire qui sont lourdes en mesure. Il faut en effet 24h de traitement (annexe 3). Ceci présente une limite considérable au développement d'un système de contrôle de la qualité des produits à la sortie de la machine. En effet, l'opérateur ne peut agir avec certitude, qu'après 24 heures. Ces deux mesures de laboratoire sont donc inexploitable dans une stratégie de rétroaction en ligne. Il est donc indispensable de trouver des capteurs qui permettent de faire ces mesures en temps réel.

1.2 Les contraintes industrielles :

La prise d'information au cours du traitement pose des problèmes particuliers au niveau du développement des appareils de mesure, du fait des propriétés :

- Du produit lui-même : les boues d'épuration sont variables et présentent des caractéristiques physiques et biologiques complexes (voir partie précédente). La nature et la composition sont variables dans le temps. Ainsi, les boues ne sont pas homogènes et le système d'évaluation doit prendre en compte, voire rendre compte de cette hétérogénéité.
- Du procédé : La décanteuse Guinard fonctionne en continu 24h/24, ceci impose à l'opérateur un suivi permanent du traitement, il est hors de question d'arrêter la machine pendant la nuit, en tenant compte de la capacité des bassins d'épuration. D'un autre côté la dynamique de la décanteuse est peu maîtrisée et mal caractérisée.
- Des capteurs et des instruments de mesures : Comme dans d'autres secteurs industriels, les capteurs de mesure doivent répondre à des contraintes variées et difficiles. En effet :
 - ❖ Ils doivent fonctionner le plus longtemps possible sans problèmes de robustesse.
 - ❖ Ils doivent être nettoyables en ligne, voire non encrassables. Une solution serait d'effectuer la mesure sans contact avec le produit.
 - ❖ Ils doivent répondre à des contraintes sévères telles que par exemple le fonctionnement en milieu très humide avec variation de température.
- De l'environnement : Un certain nombre de systèmes de mesure ne sont pas utilisables directement en ligne parce que les temps de réponse sont trop longs par rapport au procédé lui-même.

1.3 Conclusion

Le problème industriel étant identifié et une clarification entre objectifs et contraintes est opérée. Il reste à définir l'instrumentation.

L'instrumentation d'un procédé est un problème qui doit être bien posé avant de tenter de le résoudre. Nous constatons souvent que l'on cherche à implanter un capteur parce qu'il est disponible plutôt que d'étudier avant tout qu'elle est la mesure pertinente à réaliser. C'est pour ces raisons que nous avons décidé d'étudier l'instrumentation de la centrifugeuse à partir

du recueil de connaissances des experts Guinard (phase 3 - Figure 10). Dans un problème d'instrumentation plusieurs voies peuvent être exploitées, la mesure peut s'effectuer en ligne, hors ligne ou grâce à un capteur logiciel. La Figure 11 résume les différentes approches possibles.

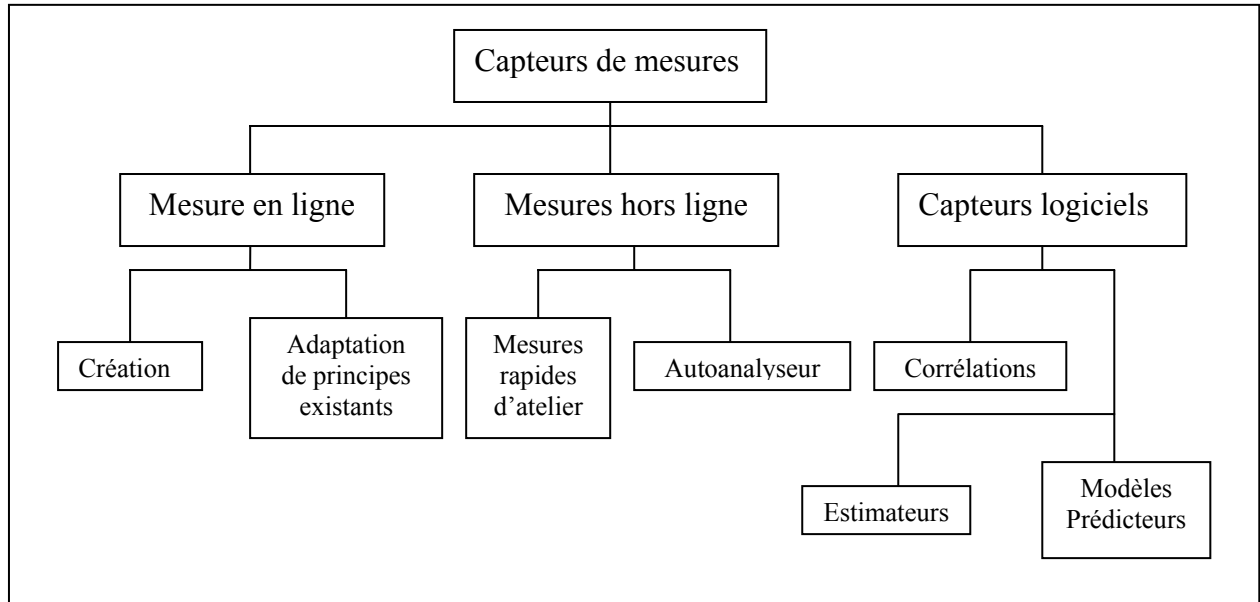


Figure 11 : Principe des différentes solutions utilisées pour la synthèse de capteurs de mesures (Trystram, 2002)

Nous proposons dans la suite les détails de la méthode de travail proposée dans cette thèse.

2 Méthode de travail proposée

Dans le contexte de l'instrumentation de la centrifugeuse continue et face à un besoin de maîtrise d'un procédé industriel destiné à travailler 24 heures sur 24 sans intervention d'opérateur, et nécessitant une optimisation au moins des polymères injectés (qui conditionnent les coûts d'exploitation), notre approche est construite sur le développement d'une solution de mesure et son application en ligne. Peu de travaux sont accessibles pour ce faire. Nous proposons une analyse brève de quelques uns de ces travaux afin de positionner les choix méthodologiques que nous avons effectués. Deux approches nous paraissent pertinentes dans la bibliographie.

2.1 Approche par la mesure directe

Bellon (1994) a défini une méthodologie générale du développement de capteurs industriels. Cette méthode tient en quatre points (Bellon-Maurel, 1994) :

- Clarifier les besoins de mesure.

- Faire l'inventaire bibliographique des principes de mesure.
- Choisir deux ou trois principes les plus pertinents.
- Expérimentation des capteurs en ligne.

La dernière phase présente un point critique. En effet, l'installation d'un capteur en ligne induit plusieurs problèmes qui peuvent allonger le temps de l'étude. Parmi ces problèmes l'auteur cite :

- L'interface de contact entre le capteur et le produit, qui mérite dans tous les cas une optimisation pour fiabiliser le signal issu de la mesure.
- Les problèmes d'acquisition en temps réel des données.
- Les facteurs d'influence qui sont accentués sur un site industriel et peuvent perturber la reproductibilité du capteur.

2.2 Approche par la mesure indirecte

Nous avons choisi d'étudier une autre approche de recherche des capteurs adaptés au procédé. Notre choix s'est fixé sur les travaux de Steyer (1998) qui se sont effectués essentiellement sur le développement des capteurs biologiques dans les stations d'épuration (Steyer, 1998).

L'auteur a choisi d'utiliser le principe de la mesure indirecte. Pour se faire il utilise les capteurs logiciels. Ce sont des capteurs utilisant des mesures indirectes couplées à des équations mathématiques pour reconstituer en temps réel les évolutions des variables importantes du procédé.

2.3 Approche proposée dans notre travail

Nous proposons d'analyser les besoins d'instrumentation sur la base de la connaissance informelle des techniciens de l'entreprise Guinard Centrifugation lorsqu'ils interviennent sur le décanteur. Cette approche originale est mise en œuvre dès lors que les connaissances du génie des procédés sont trop faibles ou trop peu avancées pour qu'une analyse pertinente soit élaborée sur une base formelle (modélisation). La deuxième étape de notre méthode est donc le recueil de savoir faire auprès des experts de l'entreprise Guinard centrifugation.

La phase 3 (Figure 10) sera alors relative au développement proprement dit d'une solution de mesure. Là, ou les, variables essentielles ayant été identifiés, il s'agit de construire ou d'adapter une solution pertinente en respectant les contraintes industrielles.

La phase 4 et la phase 5 consistent en la validation des travaux à l'échelle industrielle en vue de la réalisation d'un dispositif respectant les contraintes établies.

Au cours de notre travail nous avons centré notre attention sur les phases 2 et 3 qui constituent le cœur de ce mémoire. L'ensemble de l'approche, tel que présenté Figure 10 est ainsi proposé comme une méthode générique de développement de l'instrumentation avec la discussion d'une application au cas du décanteur centrifuge.

**Partie 3 : Matériels & Méthodes
généraux pour la conduite des essais**

La présente partie précise, pour le cas de déshydratation des boues urbaines, les matériels d'atelier et de laboratoire utilisés pour la réalisation des essais, ainsi que les méthodes mises en œuvre pour la conduite de ces essais et la présentation des résultats. Nous présentons successivement le matériel utilisé, les différentes boues utilisées lors des tests des capteurs, la méthode et les protocoles d'analyse des boues et la méthode pour le développement et la qualification de la mesure en ligne.

1 Le décanteur

1.1 Présentation de la machine

Nous avons présenté dans l'étude bibliographique le décanteur d'une façon générale. La Figure 4 présente la structure mécanique d'une centrifugeuse classique.

Les centrifugeuses récentes de Guinard Centrifugation présentent deux particularités :

- Machine haute performance : ce type de machine est équipé de nouvelle vis (Brevet Guinard Centrifugation) qui augmente le temps de séjour des boues dans l'enceinte de centrifugation.
- Recyclage de la puissance : Afin d'optimiser la consommation d'électricité, Guinard Centrifugation équipe ses machines par un système de recyclage d'une partie de l'énergie mécanique dissipée par le réducteur. La Figure 12 montre une présentation simple de ce système.

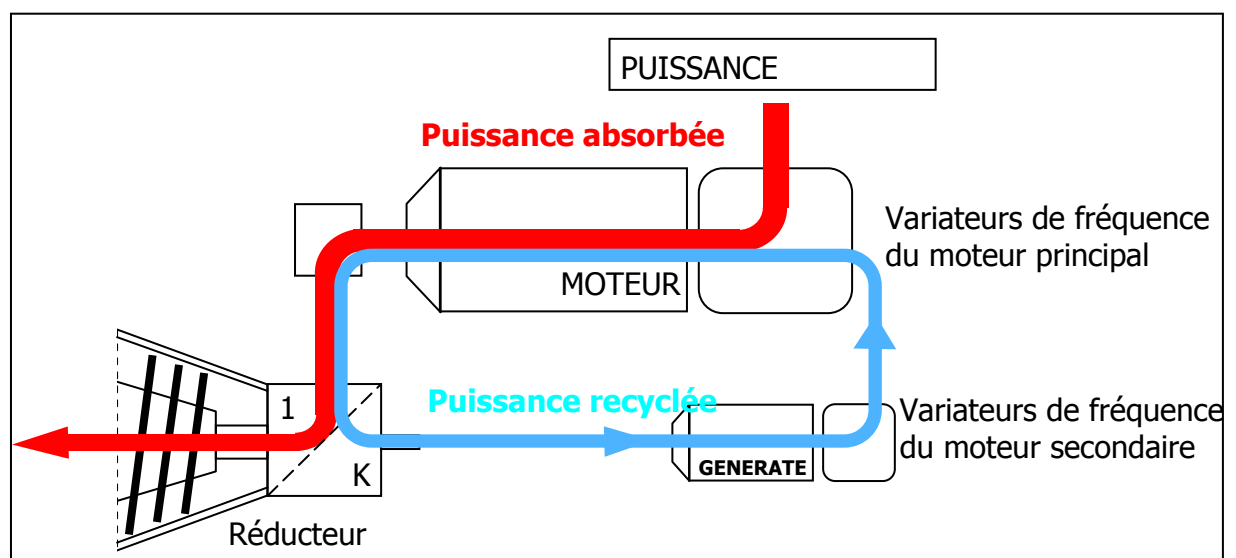


Figure 12 : Recyclage de la puissance dissipée par la vis

Nous utilisons dans la plus grande partie de notre étude la centrifugeuse du site de Châteauroux. C'est une centrifugeuse de type D4L-HP (équipée d'une vis haute performance) dont les principales caractéristiques sont les suivantes :

- Un rapport longueur sur diamètre de 3,7
- Un débit minimum admissible de $5 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$
- Un débit maximum admissible de $25 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$
- Une puissance de 30 kW
- Une longueur de 3,28 m.

Les dimensions de la machine sont portées dans la Figure 13 (les dimensions sont en mm). Ces dimensions sont données à titre indicatif pour se rendre compte de l'encombrement des installations sur une station d'épuration.

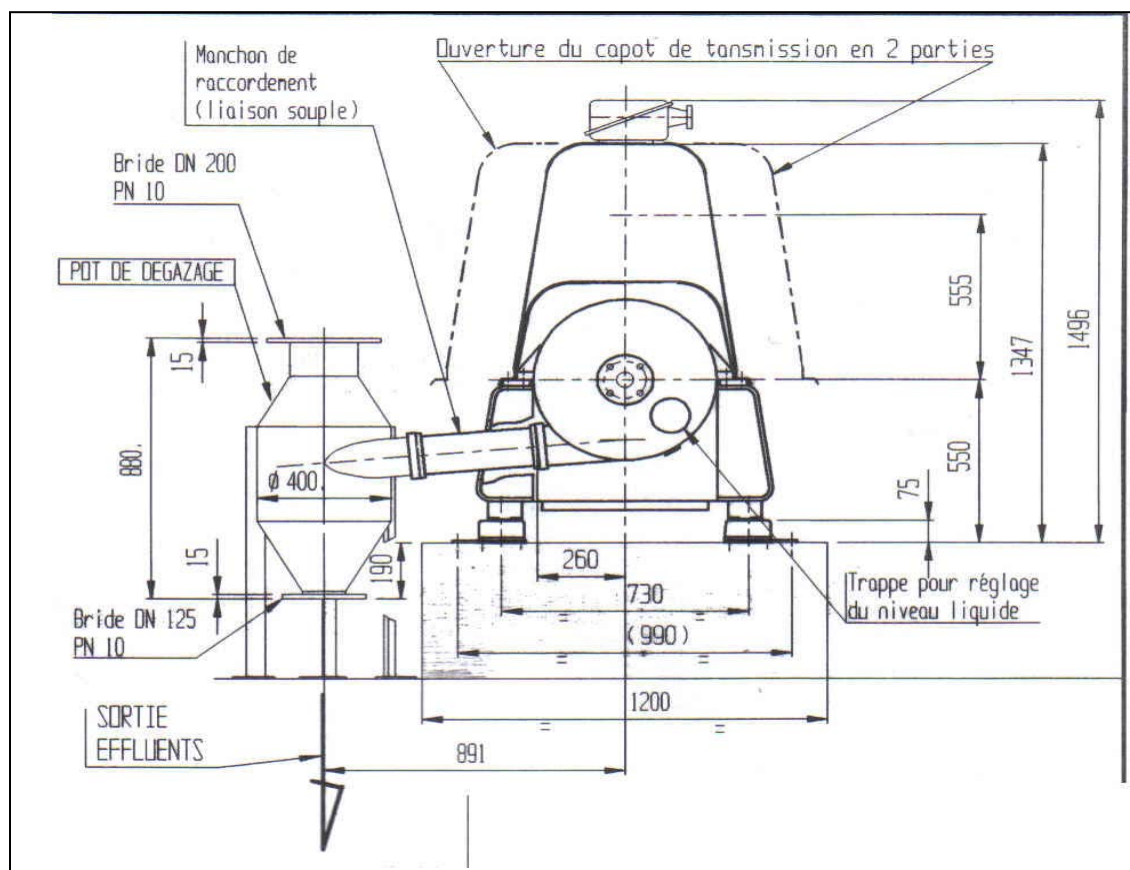


Figure 13 : Coupe en face de la centrifugeuse de Châteauroux (Type D4L-HP)

Le pot de dégazage, présenté dans la Figure 13, sert à débarrasser (au moins partiellement) le centrat des bulles d'air qu'il contient : il est équipé d'un système d'aération pour l'évacuation des mauvaises odeurs. Néanmoins, le centrat contient encore beaucoup de bulles d'air à la sortie du pot de dégazage, ce qui impose pour certaines mesures, un deuxième système de

désaération. L'organisation des essais sur site tient compte de l'encombrement des installations en place dans la station d'épuration.

1.2 Les capteurs associés

La Figure 14 présente le flux de matière dans la centrifugeuse, les indications en gras correspondent aux mesures en ligne effectuées.

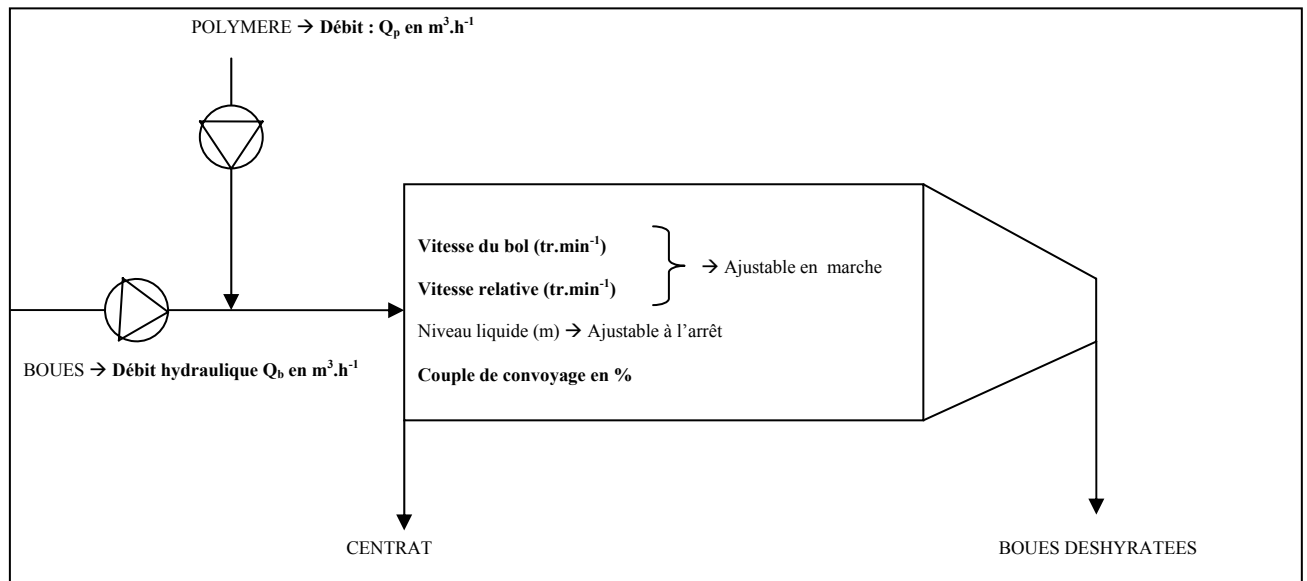


Figure 14 : Représentation des entrées/sorties d'une centrifugeuse Guinard

Les mesures effectuées sont :

- La vitesse du bol V_a : mesurée directement sur le variateur de fréquence du moteur principal (moteur du bol). La fréquence mesurée est convertie en vitesse de rotation grâce à un calculateur.
- La vitesse relative V_r : La mesure effectuée est celle de la vitesse secondaire V_s directement par conversion de la fréquence du moteur secondaire (Figure 12). La formule de la vitesse relative est $V_r = \frac{V_a - V_s}{K}$ avec K rapport de réduction.
- Le débit du polymère : mesuré par un débitmètre installé en aval de la pompe des polymères.
- Le débit des boues : mesuré par un débitmètre installé en aval de la pompe des boues.
- Le couple de convoyage : Deux méthodes peuvent être utilisées pour la mesure en ligne du couple de convoyage

- Mesure par l'anneau élastique : Le détail de cette technique de mesure se trouve dans la partie 1 (Figure 8).
- Mesure par les variateurs de fréquences : L'information du couple de convoyage est relevée directement sur le variateur de fréquence secondaire. Cette information est un pourcentage du couple nominal du générateur.

Dans le cadre de notre étude nous avons utilisé la mesure issue des variateurs de fréquences.

Les capteurs sont étalonnés à la sortie de l'usine. Nous avons régulièrement vérifié l'étalonnage avec les protocoles suivants :

- Les débits s'étalonnent par la mesure du volume de liquide pompé pendant un temps t grâce à une éprouvette graduée.
- Les vitesses de rotation s'étalonnent par l'utilisation d'un tachymètre.
- Le couple s'étalonne en utilisant un manomètre et en appliquant un effort fixe sur l'arbre de rotation.

Le Tableau 4 regroupe les caractéristiques des différents capteurs pour une machine de type D4L-HP.

Tableau 4 : Caractéristiques métrologiques des différents capteurs

| Capteur | Gamme | Précision | Fréquence d'étalonnage conseillée |
|--|---|-----------|-----------------------------------|
| Vitesse du bol (V_a) | 0 à 6000 tr.min ⁻¹ | ± 0,5 % | Tous les 2 mois |
| Vitesse secondaire (V_s) | 0 à 6000 tr.min ⁻¹ | ± 0,5 % | Tous les 2 mois |
| Vitesse relative (V_r) | 0 à 1000 tr.min ⁻¹ | ± 1 % | |
| Débit des boues | 0 à 100 m ³ .h ⁻¹ | ± 1 % | Tous les mois |
| Débit de polymère | 0 à 1000 L.h ⁻¹ | ± 1 % | Tous les mois |
| Couple | 0 à 100 % | ± 0,5 % | Tous les 6 mois |

1.3 La régulation du couple : performances et caractéristiques

Le but de la régulation installée sur les centrifugeuses est de maintenir une siccité optimale de la phase solide quand les conditions opératoires présentent des variations non maîtrisées (concentration des boues, nature des boues, maturation du polymère ... etc).

La siccité des boues est liée au couple d'extraction (C_e), elle augmente lorsque le couple augmente

D'un autre côté le couple d'extraction est lié à la vitesse relative (V_r), il augmente lorsque la V_r diminue.

Nous rappelons que $V_r = \frac{V_a - V_s}{K}$, donc il est possible d'agir sur la vitesse relative en changeant les valeurs de V_a , V_s ou K . K étant le rapport de réduction qui est fixé par le constructeur. Le choix de Guinard Centrifugation s'est fixé sur la modification de la Vitesse secondaire (V_s) pour ajuster la V_r .

Nous pouvons récapituler les tendances de la variation de la siccité dans le Tableau 5.

Tableau 5 : Tendances suivies par la siccité en fonction des différents paramètres

| Vitesse secondaire V_s | Vitesse relative V_r | Couple d'extraction C_e | |
|--------------------------|------------------------|---------------------------|-----------|
| ↗ | ↘ | ↗ | Siccité ↗ |
| ↘ | ↗ | ↘ | Siccité ↘ |

Nous voyons donc qu'il suffit d'agir sur la vitesse secondaire pour modifier la siccité des boues. Cette propriété est utilisée pour le contrôle en ligne de la centrifugeuse.

Le système de contrôle est basé sur un échange d'information sous forme de signaux 4-20 mA entre les variateurs de fréquence et le calculateur (Stardec). La régulation s'effectue grâce à un régulateur PID utilisant la consigne de couple fournie par l'opérateur. En annexe 6 est présentée le système de régulation de vitesse relative ainsi que ses caractéristiques.

Nous disposons sur le tableau de commande de la centrifugeuse d'un commutateur permettant de désactiver la régulation. Au cours de nos essais, nous avons choisi de désactiver la régulation par le couple, pour pouvoir piloter un seul paramètre à la fois.

2 Acquisition des données

Pour les besoins de l'étude, nous devons faire de l'acquisition des données. Il n'existe pas de système d'acquisition des données sur le site de Châteauroux, nous avons donc instrumenté le décanteur par un système capable d'assurer cette fonction.

Le choix du système d'acquisition s'est basé sur quelques règles :

- Système présentant plusieurs canaux d'entrée des différents signaux.
- Communication simple avec un micro-ordinateur pour l'enregistrement des données.
- Système robuste capable de résister à des conditions difficiles d'exploitation.

Le marché actuel des cartes d'acquisition présente une large gamme de produit. Nous avons choisi l'OPTO 22 pour ses caractéristiques qui répondent à nos besoins. En annexe 7 le détail du système d'acquisition installé sur le site de Châteauroux.

Après cette étude de l'aspect matériel, nous proposons dans la suite une étude des boues d'épuration utilisées au cours des essais. Certes, la grande partie des essais en ligne est effectuée sur le site de Châteauroux, mais nous avons aussi utilisé dans le cadre de cette étude d'autres types de boues provenant de plusieurs stations d'épuration.

3 Les boues

3.1 Comparaison des différents types de boues utilisées au cours des essais

Au cours de cette étude nous avons travaillé sur différents types de boues provenant de plusieurs stations de traitement. Il est difficile de trouver dans la littérature des paramètres fixes de comparaison entre les différentes boues, nous nous efforcerons dans cette partie de fournir une base de comparaison exploitable en vue de la mesure que nous souhaitons installer. Les différentes stations visitées et échantillonnées sont : Achères, Châteauroux, Noisy le Grand, Valenton et Vierzon. Tous ces sites sont équipés de machine Guinard avec une vis haute performance, ce qui rend les performances de centrifugation comparables. Les sites de Châteauroux, Noisy et Vierzon traitent les boues en vue de les déshydrater, tandis que les sites d'Achères et de Valenton font de l'épaississement des boues. L'épaississement des boues est une opération qui ressemble à la déshydratation des boues en ce qui concerne les phénomènes physiques mis en jeu, l'objectif n'étant pas de dessécher les boues mais juste de les concentrer.

Tableau 6 : Comparaison des différentes boues étudiées.

| Station | Machine | Type de boue | C (g.L ⁻¹) | Débit (m ³ .h ⁻¹) | Boues déshydratées ou épaissies | Type de polymère | Taux de capture moyen (%) | C Cible centrat (g.L ⁻¹) |
|----------------|---------|--------------------------|------------------------|--|-------------------------------------|----------------------|---------------------------|--------------------------------------|
| Châteauroux | D4L-HP | Biologique épaissie | 10-30 | 20-30 | Siccité 18 % | Cationique en poudre | 95 | 1 - 2 |
| Noisy Le Grand | D4L | Biologique épaissie | 10-30 | 20-30 | Siccité 18 % | Cationique émulsion | 98 | <1 |
| Vierzon | D4LL-HP | Biologique non épaissies | 7-8 | 31 | Siccité 35 % | Cationique émulsion | 95 | <1 |
| Achères | D7L-HP | Physico chimique | 18 | 52-83 | Concentration 70* g.L ⁻¹ | Cationique en poudre | 95 | <1 |
| Valenton | D7L-HP | Biologique non épaissie | 3-6 | 40 - 66 40 -100* | Concentration 40 g.L ⁻¹ | Cationique en poudre | 85 95* | <1 |

* mesure effectuée avec ajout de polymère

Le Tableau 6 présente une comparaison entre les différentes caractéristiques des boues utilisées. Les concentrations du centrat indiquées sont les valeurs cibles à atteindre par le

traitement, évidemment lors d'une dérive de fonctionnement ces concentrations peuvent être nettement supérieures et peuvent même atteindre la concentration des boues injectées dans la machine.

Notons que les sites de Châteauroux et de Noisy Le Grand présentent le même type de boues, les sites de Vierzon et de Valenton présentent aussi un traitement biologique mais aucun épaissement des boues n'est effectué (avant traitement par centrifugation).

La station d'Achères est la seule parmi celles choisies qui effectue l'épaississement sur des boues physico-chimiques, ceci permettra d'étudier la polyvalence du (ou des) principe(s) de mesure.

Sur ces différents sites, le taux de capture moyen est supérieur à 95%, ce qui prouve qu'on peut atteindre un bon réglage de la machine. Les différentes machines sont adaptées aux systèmes épuratoires appropriés.

Nous proposons en annexe 8 une étude des caractéristiques physique de la boue de Châteauroux, travail réalisé avec la collaboration de l'IFTS.

3.2 Méthode expérimentale d'échantillonnage

Nous avons choisi d'appliquer la norme Afnor NF EN ISO 5667-13 en ce qui concerne l'échantillonnage sur une station d'épuration. Trois niveaux d'échantillonnage sont définis :

- Les boues à l'entrée de la machine : Deux prises d'échantillons sont appliquées, un échantillon à la sortie de la pompe de reprise des bassins de décantation et un autre juste à l'entrée de la machine après adjonction du polymère. Compte tenu des méthodes d'analyse utilisées, une quantité collectée de 500 ml est suffisante.
- Le centrat : L'échantillonnage est fait par un piquage sur la tuyauterie de la sortie centrat, juste après le pot de dégazage. Afin d'obtenir un échantillon moyen de centrat, nous effectuons trois prélèvements successifs de 200 ml, nous modulons le temps d'attente entre les différents prélèvements selon la rapidité de réponse du capteur étudié (en général ce temps est de quelques secondes). Les 3 échantillons sont ensuite mélangés, la mesure est réalisée sur ce mélange. A partir de cette méthode, il est possible d'obtenir la valeur moyenne de la concentration du centrat. L'échantillonnage du centrat est donc composite pour fiabiliser la mesure des matières en suspension.
- Les boues déshydratées : Nous appliquons dans ce cas une méthode d'échantillonnage adaptée aux solides. A la sortie du carter sédiment, une masse approximative de 200 g

est soutirée instantanément à l'aide d'une spatule en bois. Cette masse suffit largement pour mesurer le taux de matière sèche.

3.3 Méthode de caractérisation des matières en suspension dans les boues et dans le centrat

Nous présenterons ici les mesures au laboratoire effectuées sur les produits à l'entrée et à la sortie de la machine. Les protocoles détaillés sont en annexe 9.

Définition : Les matières en suspension sont les matières éliminées par filtration ou centrifugation, dans des conditions définies par l'analyste. Nous avons choisi dans cette partie d'appliquer les normes de dosage des matières en suspension dans les eaux usées et les effluents. Ces modes de mesure sont applicables pour le cas du centrat et des boues à l'entrée de la centrifugeuse.

3.3.1 Méthode par centrifugation (NF T 90-105-2)

Cette méthode est généralement utilisée pour la caractérisation des boues à l'entrée des machines, elle est effectuée de deux manières : avec ou sans ajout de polymère. La concentration en matières en suspension est donnée par la formule :

$$C_b = \frac{(b - a) * 1000}{V} \text{ (mg.L}^{-1}\text{)}$$

- C_b est la teneur en matières en suspension, en milligrammes par litre ;
- V est le volume, en millilitres, de la prise d'essai (volume dans les godets) ;
- a est la masse, en milligramme, de la capsule vide ;
- b est la masse, en milligramme, de la capsule et de son contenu après séchage à 105°C ;

3.3.2 Méthode par filtration sur filtre en fibres de verre (NF EN 872)

Cette méthode est généralement utilisée pour caractériser la concentration du centrat. La concentration en matières en suspension est donnée par la formule suivante :

$$C_c = \frac{(b - a) * 1000}{V} \text{ (mg.L}^{-1}\text{)}$$

- C_c est la teneur en matières en suspension, en milligrammes par litre ;
- b est la masse du filtre après filtration, en milligrammes ;
- a est la masse du filtre avant filtration, en milligrammes ;

- V est le volume de l'échantillon, en millilitres.

Dans le cas où la méthode par filtration serait inapplicable pour le centrat (volume filtré inférieur à 100 mL), nous utilisons la méthode par centrifugation.

3.3.3 Méthode de mesure de la siccité des boues déshydratées

La teneur en matières sèches est la proportion en matières sèches contenues dans la boue, obtenue à la suite d'un processus de séchage spécifié. Elle s'exprime en pour cent ou en gramme par kilogramme.

La teneur en matière sèche s'exprime comme suit :

$$C_s = \frac{(m_c - m_a)}{(m_b - m_a)} * 100 (\%)$$

- C_s est la teneur en matière sèche de l'échantillon de boues en pour cent ou en grammes par kilogramme.
- m_a est la masse de la capsule d'évaporation, en grammes :
- m_b est la masse de la capsule d'évaporation contenant l'échantillon de boues, en grammes ;
- m_c est la masse de la capsule d'évaporation contenant la matière sèche de l'échantillon de boues, en grammes ;

3.3.4 Etude des incertitudes des mesures laboratoires

Nous n'avons pas recensé dans la littérature une méthode unique pour la détermination de l'incertitude des différentes mesures exposées précédemment. L'AFNOR conseille de répéter la mesure au moins 10 fois sur le même échantillon et dans les mêmes conditions. A partir des valeurs analytiques nous calculons l'écart type qui présente la variabilité de la mesure étudiée. Nous avons effectué les essais sur un prélèvement de boues et de centrat sur la station de Châteauroux, le Tableau 7 regroupe les résultats obtenus.

Tableau 7 : Variabilité des mesures au laboratoire

| Mesure | ECART TYPE | Variabilité acceptable pour l'exploitant |
|--|------------------------|--|
| Concentration des boues sans polymère (par centrifugation) | 1 g.L ⁻¹ | 0,1 g.L ⁻¹ |
| Concentration des boues avec polymère (par centrifugation) | 0,12 g.L ⁻¹ | 0,1 g.L ⁻¹ |
| Siccité des boues (par étuvage) | 0,28 % | 0,5 % |
| Concentration du centrat (par filtration sur fibre de verre) | 0,01 g.L ⁻¹ | 0,1 g.L ⁻¹ |

La concentration des boues sans polymère présente un écart type dix fois supérieur à la variabilité acceptable sur le site de Châteauroux. Cette technique de mesure est donc inutilisable pour une qualification fiable de la concentration, l'ajout de polymère est donc indispensable avant centrifugation. Nous avons remarqué au cours des essais qu'il y a des pertes de matières non négligeable quand nous vidons les godets de centrifugation, le culot formé est fragile et s'effrite sous la pression de la spatule. Cette perte est compensée par l'ajout de polymère qui permet d'obtenir des culots de centrifugation compacts.

Les méthodes de mesures que nous avons retenus sont donc :

- Concentration des boues : par centrifugation avec ajout de polymère (5% du volume de boues prélevé) et étuvage à 105°C pendant 24 h.
- Concentration du centrat : par filtration sur fibre de verre et étuvage à 105°C pendant 24 h.
- Siccité des boues : par étuvage à 105°C pendant 24 h.

4 Méthode d'étude utilisée avec tous les capteurs

4.1 Etude et sélection des principes admissibles

Nous commençons par recenser tous les principes admissibles pour la mesure de la qualité des produits (Figure 10). Cette étape est traitée en deux volets : la première concerne une recherche bibliographique des principes des mesures et la seconde s'intéresse aux contacts directs avec les fournisseurs des capteurs afin de puiser le maximum d'information.

Aucune technique de mesure ne donne avec précision et fiabilité une information proche d'une des grandeurs que nous cherchons c'est-à-dire la siccité de la boue déshydratée et la concentration en MES du centrat. Il n'existe pas dans le commerce un capteur universel idéal. Donc nous cherchons des grandeurs présentant des liens forts (univoques ou multiples) avec ces grandeurs objectives.

Compte tenu de ce qu'aucun capteur n'est idéal et que les boues sont susceptibles de changer d'une station à une autre, voire d'une période à une autre dans la même station d'épuration, il nous apparaît :

- Indispensable d'établir un protocole de calibration de chaque capteur,
- De préciser les conditions d'utilisation de chaque capteur.

Tous les principes potentiels sont étudiés au laboratoire puis sur site industriel.

4.2 Validation des capteurs au laboratoire

Dès qu'un principe est identifié comme étant intéressant, nous étudions la faisabilité de la mesure sur le centrat et/ou sur les boues. Nous n'utilisons pas de produit modèle, nous travaillons directement sur des produits échantillonnés dans plusieurs stations d'épuration.

L'enjeu de cette partie est d'établir :

- La faisabilité de la mesure.
- Les propriétés métrologiques : Justesse, fidélité, fiabilité, reproductibilité, sensibilité, dynamique.

Dans cette démarche nous devons être certains :

- Que l'utilisation du capteur ne fausse pas la mesure (existence d'artéfacts dus au positionnement du capteur, à l'encrassement, à une sédimentation ...etc)
- Que l'étalonnage du capteur reste valide. Il est souhaitable de vérifier la calibration avec des mesures étalons s'il y en a.

Cette étude commence par l'adaptation du capteur à une installation sur paillasse et finit par l'étude de la corrélation entre la mesure obtenue et la mesure de référence sur plusieurs échantillons de centrat et/ou de boues.

La résolution des problèmes de fonctionnement des capteurs est plus facile à réaliser au laboratoire que sur un site de production. L'échantillonnage sur site se fera préférentiellement sous des conditions de traitement les plus défavorables : présence de filasses, mousses abondantes, centrats colorés...etc.

Cette étape est primordiale pour tester les conditions de fonctionnement du capteur. Dans le cas où cette étude est déjà effectuée par le fournisseur du capteur et que nous disposons d'assez de données expérimentales pour juger des qualités métrologiques de l'instrument de mesure nous passons directement à l'étape de l'étude en ligne.

Quand les conditions optimales de fonctionnement sont obtenues et que la corrélation entre la mesure de référence et l'indication du capteur est pertinente, nous passons à l'étape des tests sur une ou plusieurs stations d'épuration. Ceci nous permettra de confronter le capteur à un fonctionnement dans les conditions réelles et difficiles de station d'épuration.

4.3 Installation en ligne

Le lieu d'implantation du capteur est choisi en tenant compte de l'éloignement le plus court possible par rapport à la machine. L'organigramme de la Figure 15 présente la démarche suivie pour tous les capteurs.

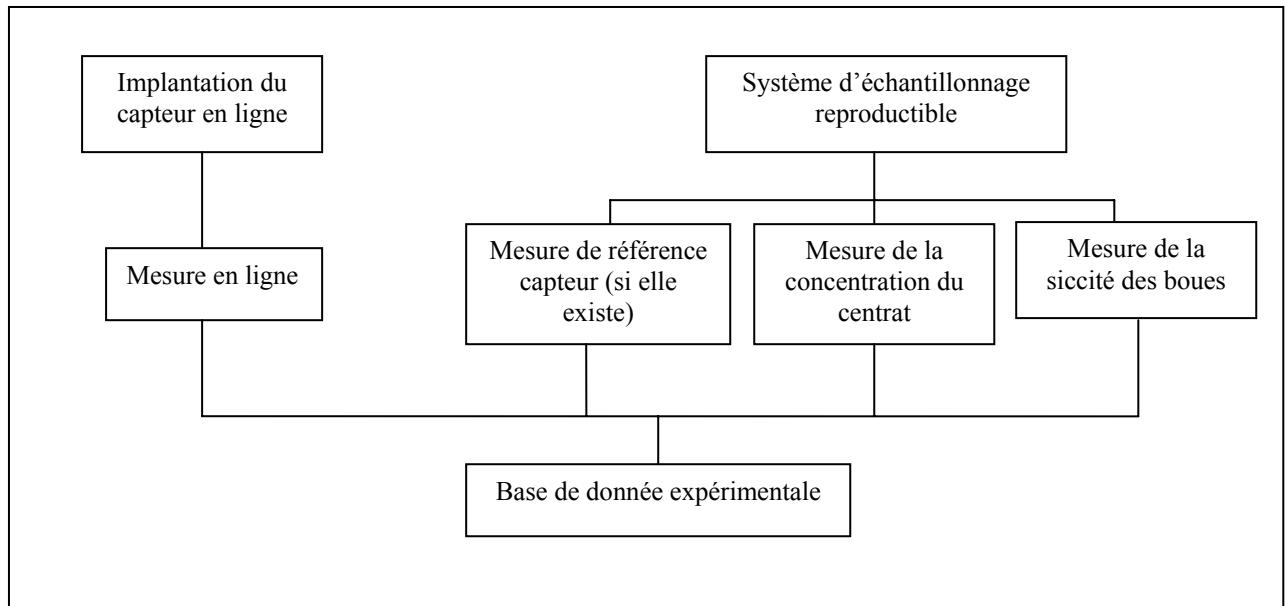


Figure 15 : Organigramme de l'étude de capteur

La mesure de référence capteur, si elle existe, est utilisée pour vérifier la validité de la mesure en ligne. Par exemple si nous effectuons une mesure en ligne de la conductivité des boues, nous prenons la mesure de la conductivité avec un conductimètre de laboratoire de l'échantillon.

La base de donnée expérimentale établie sert à définir un plan de manipulation pour effectuer des mesures à différents niveaux. Les différents points obtenus servent à étudier les caractéristiques métrologiques du capteur.

Pour tout capteur installé en ligne, le protocole de conduite est le suivant :

- Lire la valeur mesurée par le capteur.
- Enregistrer par le système d'acquisition la variation de la mesure capteur trois minutes avant et trois minutes après la lecture de la valeur.
- Prendre un échantillon du produit.
- Déterminer la mesure de référence laboratoire sur le produit.

Ce protocole est itéré pour chaque point de mesure. Nous obtenons ainsi en scrutant différents points de fonctionnement et en faisant les répétitions, une matrice de données expérimentales et les enregistrements des signaux des capteurs associés. Nous passons ensuite à la phase de traitement des données.

4.4 Validation des capteurs en ligne

Nous avons défini une procédure d'étude de chaque capteur installé en ligne. L'objectif de cette procédure est de fournir des données robustes comparables entre les différents capteurs,

ainsi nous pouvons déterminer la cause des dérives et conclure quant à la robustesse du capteur. Les étapes que nous suivrons dans cette procédure sont les suivants :

1. Nous traçons pour chaque essai l'enregistrement temporel du signal de la mesure en ligne. Nous analysons ensuite la sensibilité du capteur en appliquant une variation connue sur le procédé. A ce stade les capteurs présentant une faible sensibilité sont rejetés et ne font plus partie de l'étude.
2. Nous traçons pour chaque échantillon les données issues de la mesure sur échantillon des références capteurs (si elles existent), de la siccité des boues déshydratées et de la concentration du centrat en fonction du temps et nous analysons ces courbes.
3. Nous traçons la comparaison de toutes les données de mesure en ligne d'un capteur avec sa mesure de référence (mesure de référence capteur si elle existe). Nous analysons les courbes pour conclure quant à la fiabilité du capteur. Un bon capteur donnera des points de mesure les plus serrés possible avec la 1^{ère} bissectrice.
4. Nous traçons la comparaison pour chaque mesure en ligne du capteur avec la mesure laboratoire sur les boues déshydratées ou sur le centrat (Figure 16). Ainsi nous pouvons discuter de la corrélation entre la mesure du capteur et les mesures de références recherchées. L'erreur de répétabilité de la mesure capteur est calculée à partir de l'écart type entre les répétitions, dans notre cas nous faisons n répétitions par échantillon (n est généralement compris entre 3 et 10). Considérons m la valeur moyenne des n répétitions et σ l'écart type, l'application de la loi de Laplace-Gauss permet de constater que :
 - a. 68% environ des valeurs des mesures sont comprises dans l'intervalle $m \pm \sigma$.
 - b. 95% environ des valeurs des mesures sont comprises dans l'intervalle $m \pm 1,96\sigma$.
 - c. 99% environ des valeurs des mesures sont comprises dans l'intervalle $m \pm 2,58\sigma$.
 - d. 99,8% des valeurs des mesures sont comprises dans l'intervalle $m \pm 3\sigma$.

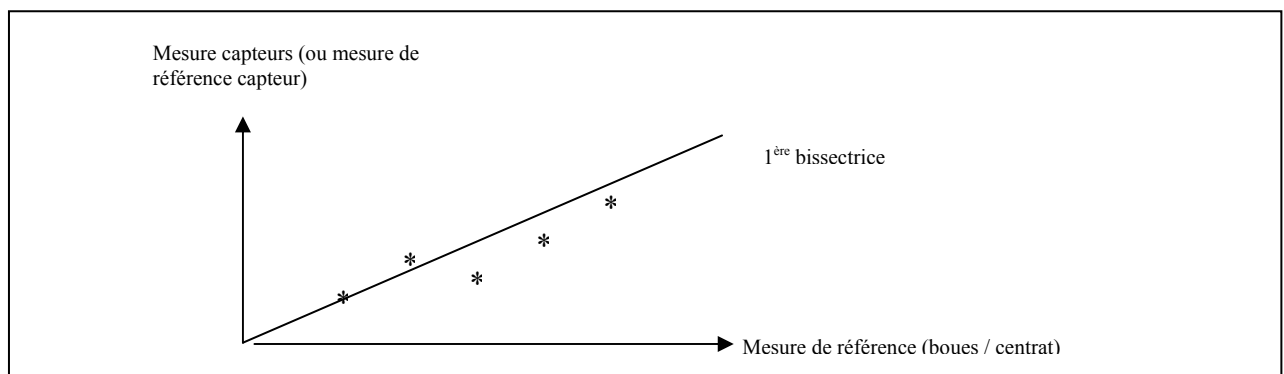


Figure 16 : Etude de la corrélation entre la mesure capteur et les mesures de références des produits

Dans le cadre de notre étude nous allons prendre une erreur de mesure de $\pm\sigma$ ou de $\pm 1,96\sigma$, c'est à dire une confiance de 68% ou de 95%. En effet, dans le domaine de traitement des eaux résiduaires la plupart des auteurs indiquent que ces degrés de confiance sont satisfaisants.

5. Nous faisons une conclusion concernant les caractéristiques métrologiques du capteur.
6. En fonction des résultats, nous proposons un modèle empirique statistique reliant les mesures de référence (siccité de la boue et/ou concentration du centrat) comme fonction des signaux issus des capteurs (ou de la référence capteur). Nous établissons les caractéristiques métrologiques de ce prédicteur.

Ainsi nous avons pris le soin de faire les essais en respectant les six étapes mentionnées ici. Après cette présentation factuelle de l'aspect matériels et méthode utilisés tout au long de l'étude, nous proposons dans la partie suivante les résultats obtenus au cours de l'étude et les discussions associées.

Partie 4 : Résultats & Discussions

Chapitre 1 : Le recueil d'expertise

1 Méthode de travail du recueil d'expertise

L'opérateur prend en compte les informations issues de ses propres sens (Trystram, Danzart *et al.*, 1994) pour régler et ajuster les paramètres d'entrée du procédé de manière à minimiser la variation des caractéristiques du produit fini. En effet, un opérateur peut reconnaître de faibles changements dans l'évolution du procédé du fait de son expérience et il peut contribuer au diagnostic. Plusieurs travaux ont porté sur ces approches et se sont développés jusqu'au stade industriel, par exemple l'appréciation sensorielle de la couleur de biscuits après cuisson (Perrot, 1997), du pétrissage des pâtes alimentaires (Wide, 1999), la conduite de l'étuvage du saucisson sec (Curt, 2002) et la conduite de l'affinage de fromage (Agioux, 2003). L'opérateur est ainsi généralement un acteur important de la maîtrise de la qualité dans plusieurs procédés et son expertise forme un capital important dans l'entreprise (Matta, Corby *et al.*, 1999). La disponibilité de méthodes pour recueillir et mettre en forme ce savoir faire de conduite nous est apparue une étape importante initiale du travail.

C'est pour ces raisons et pour remédier au manque de modèles mathématiques dans le domaine de décanteur à axe horizontal, que nous avons décidé de commencer notre étude par la création d'un modèle expert. Ce modèle sera basé sur le recueil des règles de fonctionnement du procédé, par une série d'entretiens de deux experts de l'entreprise Guinard Centrifugation. De fait, nous avons ainsi élaboré un modèle du pilotage de l'opération de séparation centrifuge. Notre méthodologie de définition des mesures en lignes repose sur le recueil des règles de fonctionnement des centrifugeuses. Par les entretiens et l'analyse du modèle expert, nous proposons de définir les grandeurs à mesurer.

L'application du recueil d'expertise repose sur quelques règles essentielles que nous détaillerons dans ce qui suit.

1.1 Choix et présentation des experts Guinard

Deux experts ont été impliqués dans cette phase. Le choix des experts s'est reposé sur la finalité de cette partie de l'étude : formaliser le savoir faire de pilotage de la centrifugeuse. A partir de ce savoir faire, nous mettrons en évidence les mesures nécessaires au contrôle de la machine. Nous avons ainsi fixé quelques critères de sélection des experts :

- L'expert a une grande expérience dans le pilotage de la centrifugeuse.
- L'expert a déjà travaillé sur plusieurs sites de production.

- L'expert est sensible aux problèmes de fonctionnement liés à la variabilité des boues.
- Les deux experts doivent avoir des expériences comparables.

Les deux experts sélectionnés appartiennent au service Recherche & Développement. C'est dans ce service qu'on trouve les opérateurs les plus expérimentés en terme de réglage de la machine sous différentes conditions.

L'expert 1 est ingénieur de formation, il présente une dizaine d'année d'expérience dans le service des essais et est directeur produit Guinard Centrifugation (*Product Manager*). Pendant dix ans, il a acquis une grande expérience dans le réglage des différents modèles de centrifugeuses traitant une large gamme de produits différents.

L'expert 2 est technicien de formation. Il a été promu ingénieur en 2001 dans le service Recherche et Développement. Il détient aussi un savoir-faire important axé principalement sur la filière des boues urbaines.

Les deux experts présentent pratiquement la même expérience dans le domaine de traitement des boues urbaines. Le choix des experts est donc arbitraire et reste assez discutable. En réalité il est difficile de faire la différence entre un simple opérateur de la centrifugeuse et un expert.

1.2 Chronologie du recueil

La méthode de recueil et de formalisation que nous proposons comprend quatre phases, la Figure 17 présente le détail de chaque phase.

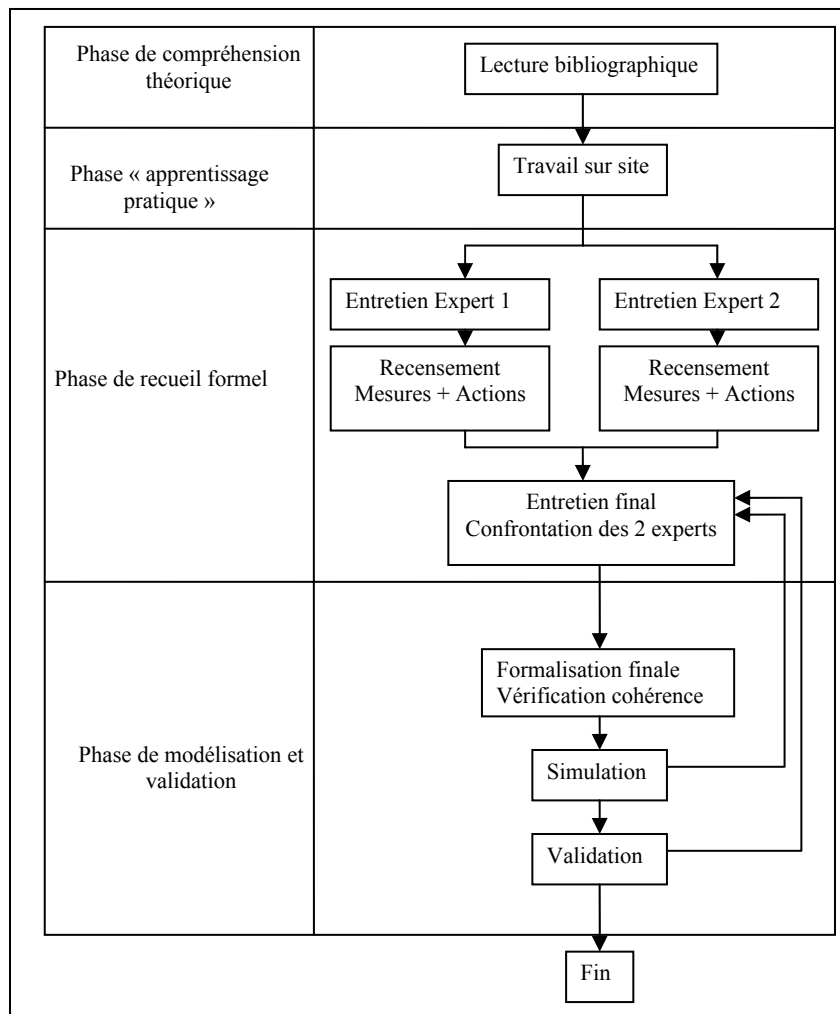


Figure 17 : Différentes phases du recueil d'expertise

La première phase consiste à déterminer à partir de la littérature existante, les liens entre les entrées et les sorties de la machine (partie 1). Cette étude a permis de se rendre compte de la complexité des liens et que ceux-ci sont mal définis. D'un autre côté il existe une infinité de cas de traitement selon les caractéristiques de la boue. La littérature témoigne d'une connaissance très pauvre des mécanismes des décanteurs centrifuge à axe horizontal. Les travaux les plus intéressants ont abouti à des équations de drainage des solides dans le bol (Reif et Stahl, 1989) mettant en œuvre cinq paramètres de caractérisation des boues, très difficiles à déterminer et utilisant des techniques de mesure au laboratoire compliquées. Ces modèles restent non validés sur des situations réelles de traitement. Bien que difficile cette étape est nécessaire, nous nous sommes appuyés sur l'analyse présentée en fin de la partie 1 faisant l'état de la situation antérieure.

La deuxième phase consiste à l'apprentissage du mode de fonctionnement des centrifugeuses. Le démarrage initial du projet dans l'optique de trouver des capteurs admissibles pour la mesure de la concentration du centrat nous a permis de nous mettre en situation réelle de

fonctionnement sur le site de Châteauroux. Cet apprentissage nous a montré que les réglages de commande des centrifugeuses sont, aujourd'hui, empiriques et reposent exclusivement sur la connaissance des experts.

La troisième phase correspond à la phase de recueil formel de la connaissance des experts. Elle comporte une série d'entretiens des experts, selon un questionnaire construit sur la base des deux premières phases. Nous visons à deux conclusions de cette partie du travail. D'une part il s'agit de mettre en évidence les mesures experts (notion d'indicateur, (Curt, 2002)) indispensables pour l'expertise du fonctionnement de la machine. D'autre part, il s'agit de recueillir les règles de conduite du procédé, c'est à dire les décisions et actions de correction réalisées par l'expert si une situation non souhaitée est détectée. Il est impossible de pouvoir observer tous les cas de traitement des boues, c'est pourquoi nous avons décidé d'axer la recherche sur la déshydratation des boues biologiques avec comme exemple central les boues de la station d'épuration de Châteauroux.

La dernière phase consiste à formaliser les connaissances extraites en tant que règles SI – ALORS. Ces règles sont ainsi intégrées dans une interface d'aide à la décision. Nous commençons par une simulation hors site de production afin de vérifier la cohérence des réponses du simulateur, puis nous réalisons des simulations sur site afin de confronter le simulateur aux experts et à des situations réelles.

1.3 Les entretiens

Les entretiens commencent par deux séances indépendantes où chaque expert s'exprime librement sur la qualification des entrées et des sorties de la machine. Ainsi l'expert est amené à remplir un tableau de qualification des différents produits de sortie de la centrifugeuse : boues déshydratées et centrat. Il est important dans cette étape de définir l'objectif ou les objectifs du traitement des boues.

Lors de ces entretiens, quelques outils peuvent faciliter la compréhension et resituer l'expert dans le contexte comme des exemples simples. Il est également opportun de :

- Commencer par les cas les plus simples et d'amener les cas plus compliqués au fur et à mesure ;
- S'assurer que le raisonnement de l'expert s'enchaîne logiquement ;
- Passer éventuellement à un cas suivant si le cas traité pose un problème à l'expert ; il suffit alors d'y revenir plus tard ;

- De laisser à l'expert le temps de réfléchir et de se replacer dans le contexte d'un site de production notamment pour la quantification des actions.

Il n'est pas toujours facile de trouver le temps pour traiter les cas les plus compliqués. L'expert est alors guidé vers une issue de sortie pour traiter un cas moins compliqué.

Ces différentes techniques permettent d'être suffisamment précis pour garantir que l'on est proche de la démarche utilisée par l'expert au cours de la conduite du procédé.

Ces deux premiers entretiens réalisés avec chaque expert, sont suivis par un troisième entretien où les deux experts sont réunis pour confronter leurs résultats. Cette étape est la plus délicate puisque les deux experts doivent se mettre d'accord en cas de litiges. La détermination des causes de la variation des réponses des experts permet de résoudre les cas ambigus et apporte des nouvelles connaissances sur le procédé.

La conduite de ce troisième entretien repose sur certaines règles :

- L'interviewer doit éviter au maximum d'influencer les experts ;
- Les experts doivent en priorité se mettre d'accord sur les qualifications des produits avant de discuter sur les actions correctives du procédé ;
- Il faut s'assurer que l'objectif du traitement est identique chez les deux experts ;

La confrontation des deux experts, permet de sortir un tableau unique reliant la qualification des produits à la sortie de la machine et les actions correctives à appliquer. Ce tableau sera utilisé comme base de formalisation du logiciel d'aide au pilotage.

L'étude du recueil a duré en tout 3 semaines, nous avons choisi de laisser quatre jours et un week-end entre les différentes étapes pour que l'interviewer ne soit pas influencé par un expert quand il passe au deuxième. Les entretiens formels ne prennent pas plus qu'une journée de travail. La préparation de l'interview est une étape clef pour bien mener cette partie du travail.

1.4 Formalisation des mesures

Le terme « indicateur sensoriel » désigne les mesures objectives humaines qui permettent à l'expert de suivre la qualité d'un produit (Curt, 2002). Ces indicateurs sensoriels doivent être :

- Monodimensionnel : la description doit être précise pour aller dans le sens d'une seule perception mesurée à la fois.
- Non redondants : La corrélation entre les indicateurs peut exister, mais il est inutile a priori d'utiliser plusieurs indicateurs qui décrivent la même chose.

- Pertinents : Les indicateurs doivent indiquer un ou plusieurs changements au sein des produits.
- Discriminants : Ils doivent avoir des échelles différenciables pour mettre en évidence des différences entre produits.

La formalisation de ces indicateurs est une étape essentielle du recueil. Nous pouvons la diviser en trois phases distinctes : l'identification, la structuration et la validation.

1.4.1 Identification des indicateurs

Il est nécessaire de déterminer quelles mesures sont effectuées par les experts. Dans cette partie du travail nous posons la question suivante : « Quelles sont les évaluations mises en œuvre par l'expert pour qualifier les produits ? ».

L'expert répond à cette question en expliquant les mesures indispensables sur les produits pour la conduite du procédé. Généralement un indicateur possède une terminologie unique universelle ou une terminologie propre à l'expert. Des problèmes de terminologies peuvent se présenter, surtout entre les deux experts, la séance de confrontation est une des solutions possible à ce problème.

1.4.2 Structuration des indicateurs sensoriels

Après la phase d'identification des indicateurs, le recueil sert à définir précisément chacun des indicateurs dans le but de définir la méthode de mesure associée. Pour chaque indicateur sensoriel nous devons mettre en place une grille, tirée des techniques d'analyse sensorielle classique, comportant :

- le nom de l'indicateur : dans le cas où un nom universel existe nous l'utilisons, sinon nous adoptons le nom donné par les deux experts après la séance de confrontation.
- La définition de l'indicateur : parfois un indicateur peut être l'issu de plusieurs mesures. Si nous trouvons dans la littérature une définition exacte de l'indicateur nous l'adoptons sinon il faut utiliser la définition donnée par les deux experts après la séance de confrontation.
- Le mode opératoire : il doit être clairement expliqué. L'idéal sera d'avoir un seul mode opératoire pour les deux experts. Si des différences de mode opératoire existent entre différents experts, il est question de savoir si les informations qui en résultent sont effectivement les mêmes ou pas.

- Des catégories ou des classes qui permettent de décrire les différents états possibles de l'indicateur. Les différents états des indicateurs peuvent être sous forme discrète ou sous forme d'échelle graduée.
- Des références pour la mesure.
- Le lieu de la mesure.
- L'instant d'évaluation.

A la différence d'une évaluation sensorielle au laboratoire, les deux derniers éléments de cette liste sont indispensables à fixer lors d'une mesure en ligne obtenue au travers des sens des opérateurs dans l'atelier de production. En effet la qualité des produits sur une station d'épuration n'est pas la même en tout point, il est important alors de fixer le lieu de la mesure. Cette grille, structurée en sept critères, regroupe les modalités de la mesure opérateur, le repérage des gammes de variation et la dynamique de l'évolution des différents produits. Trois points méritent une attention particulière :

- Quantité de l'échantillon : L'expert peut opérer de deux façons : soit il prend une quantité bien déterminée du produit à analyser, soit il récupère une quantité dite « suffisante » pour effectuer la mesure. Ici se pose le problème de la représentativité de l'échantillon et de la reproductibilité de l'échantillonnage. Ce problème présente une limite de la mesure et doit être étudié avec soin.
- Le lieu de l'échantillonnage : Dans le procédé de centrifugation des boues urbaines les produits peuvent parcourir un long trajet avant d'arriver à leur destination finale. Au cours de ce séjour, certaines caractéristiques physiques ou chimiques peuvent évoluer, ce qui peut fausser la mesure de l'indicateur. Dans notre cas la localisation de l'échantillonnage est déterminée par la connaissance qu'a l'expert de l'évolution du produit dans différents lieux de la station d'épuration.
- Réalisation des mesures au cours du temps : Le procédé sur lequel nous effectuons cette étude présente une dynamique, a priori, très lente. La détermination des instants de mesure est essentielle afin de savoir si l'expert effectue ses mesures en régime permanent ou en régime transitoire. L'idéal sera d'attendre la stabilité du système avant d'effectuer la mesure, ceci dépendra essentiellement de la fréquence du mesurage.

Après l'identification et la structuration des indicateurs nous passons à la formalisation des règles d'action.

1.5 Formalisation des règles d'action

Les actions sont formalisées en tant que règles SI – ALORS, ces actions visent à corriger le procédé et le faire revenir à un fonctionnement optimal. Ce sont des règles heuristiques qui relient de manière linguistique, les variables de qualité des produits et les variables de pilotage du procédé comme par exemple « **SI** le centrat est Clair et la boue est Trop Humide **ALORS** augmenter la vitesse relative de 10% ». Ces règles représentent la connaissance des experts acquise grâce à leurs différentes expériences. L'ensemble des règles est regroupé sous la forme d'une base de règles. Il convient de noter que la réflexion faite ici porte sur des symboles, tant de ce qui caractérise l'état du produit que l'évolution nécessaire du procédé.

1.5.1 Outils mathématiques

Après la définition des règles, nous avons cherché un moyen mathématique pour transcrire ces règles en équations quantifiant les actions à mener sur le procédé afin de revenir vers l'objectif du traitement. Différentes approches sont possibles pour traiter les données issues de l'expertise : les systèmes experts, la physique qualitative ou la logique floue. Nous avons choisi dans notre cas d'appliquer la logique floue qui nous paraît la plus adaptée à notre procédé et au formalisme symbolique obtenu après entretiens avec les experts. La logique floue permet de transcrire la gradualité entre les états en utilisant les propres termes des experts. Il est plus facile dans ce cadre d'établir le dialogue avec les experts et d'améliorer les performances finales de notre modèle expert.

Le premier à introduire la logique floue est Zadeh en 1965 (Zadeh, 1965). Contrairement à la théorie conventionnelle des ensembles pour laquelle un élément appartient ou n'appartient pas à un ensemble, un ensemble flou est caractérisé par une fonction représentée par un nombre réel dans l'intervalle $[0 ; 1]$ (Dubois et Prade, 1980). Cette propriété conduit à l'existence de transitions graduelles entre les ensembles comme pour l'évaluation humaine de la cuisson d'un biscuit (Perrot, 1997). Un atout de cette théorie pour notre étude est qu'elle procure un moyen intéressant de transférer la connaissance de l'opérateur sous forme de fonctions qui peuvent être traitées en ligne. Elle permet de traiter directement les données symboliques fournies par l'opérateur. La logique floue permet aussi une gradualité des actions ce qui évite la déstabilisation du procédé. L'avantage de cette méthode est également que l'expert continue à s'exprimer dans le langage qui lui est habituel ce qui facilite la validation de la base de règles déterminée.

Nous créons ainsi des fonctions floues regroupant les bases de règles et quantifiant à la sortie les actions. Les indicateurs utilisent des fonctions d'appartenance sous forme triangulaire. L'étape de défuzzification, pour la quantification de l'action sur le décanteur est réalisée avec l'approche Tagaki-Sugeno (Takagi et Sugeno, 1985).

1.5.2 Développement d'une interface

L'un des aboutissements de la modélisation de l'expertise humaine dans notre cas est de fournir aux opérateurs un système d'aide au pilotage qui l'assiste dans ses fonctions de décision de réglage des paramètres du procédé. Dans une démarche d'ingénierie classique, le développement d'une interface graphique facilement utilisable par l'opérateur doit répondre à certains critères :

- Apport d'une véritable assistance : l'aide à l'opérateur doit être conçue pour faciliter l'activité de l'opérateur et répondre à ses besoins réels en tenant compte de la situation à laquelle il est confronté ;
- Simplicité : les fonctionnalités ne doivent pas compliquer les opérations de l'opérateur humain ;
- Clarté : le système doit fournir des moyens nécessaires pour que l'opérateur humain ait une représentation mentale correcte de l'état du système.

Le module développé intégrera les résultats de la modélisation floue de l'expertise. La sortie de notre programme est constituée par les nouvelles consignes du procédé sous forme numérique, facilement utilisable par l'opérateur sous réserve qu'il sache mesurer les différents indicateurs.

1.6 Validation du recueil

La dernière étape de notre méthode de recueil est la validation du logiciel d'aide à la décision.

La validation des règles d'action est faite à travers trois volets :

- Une vérification de la cohérence des règles comme test préliminaire ;
- Une simulation hors site est effectuée afin de corriger éventuellement l'algorithme en cas d'erreur. Il s'agit aussi de contrôler que les réponses de l'algorithme sont conformes aux réponses de l'expert.
- Une validation sur site : les actions données par l'expert et celles fournies par le logiciel développé sont comparées sur un traitement en conditions réelles.

La validation sur site se fait avec l'assistance d'un des deux experts interrogés lors des entretiens. La comparaison des nouveaux réglages du procédé donnés par l'expert et ceux donnés par le logiciel, nous permettra de juger de la validité de notre approche.

Les résultats validés du recueil d'expertise, nous permettent d'une part d'identifier les mesures à effectuer sur les produits, et d'autre part de clarifier les modes de réglage de la centrifugeuse.

2 Résultats du recueil d'expertise

2.1 Les objectifs et la compréhension de l'utilisation des centrifugeuses en traitement des boues selon les entretiens

Les objectifs du traitement, confirmés par les experts, sont en nombre de quatre :

- Un débit massique maximum des boues à traiter déterminé par les capacités de la machine.
- Un débit de polymère minimum déterminé par l'efficacité de la déshydratation.
- Une siccité des boues déshydratées maximale.
- Une concentration en matières en suspension du centrat la plus faible possible pour minimiser les matières organiques réinjectées en tête de station.

Ces objectifs sont abordés sous les contraintes de l'exploitant suivantes :

- Un débit massique minimum des boues à traiter, fixé par la taille de la station d'épuration et la quantité des boues générées.
- Un débit de polymère maximum à ne pas dépasser.
- Une siccité des boues déshydratées minimale qui dépend de l'utilisation ultérieure des boues.

Les trois contraintes d'exploitation ne présentent pas un ordre particulier de priorité pour les experts. Chaque site de production hiérarchise les contraintes selon ses besoins propres.

Après avoir vérifié que notre compréhension bibliographique du procédé est identique à celles des experts, nous avons entamé la partie de l'identification et de la formalisation des mesures.

2.2 Identification et formalisation des mesures

Le procédé de séparation présente deux produits à sa sortie, le centrat et les boues déshydratées. Les experts font des évaluations sensorielles sur ces deux produits, les

différentes expériences menées sur site réel de production leur ont permis d'acquérir un savoir faire pour relier ces évaluations à l'état du procédé.

Nous avons commencé par structurer les différentes mesures selon la grille de formulation définie plus haut.

2.2.1 Formalisation de la mesure sur les boues déshydratées

La mesure de référence est la siccité des boues obtenue par étuvage à 105°C (annexe 9). L'objectif de la mesure de l'expert est d'évaluer une « siccité » des boues qui se rapproche le plus d'une mesure laboratoire.

Les experts commencent par indiquer la méthode d'échantillonnage des boues déshydratées. Cette méthode peut se résumer en trois points essentiels :

- Introduire une planche en bois rectangulaire dans le carter sédiment.
- Attendre de sentir qu'une quantité de boues s'est fixée sur la planche.
- Sortir doucement la planche du carter et récupérer l'échantillon dans un bécher.

Les photographies 1 et 2, présentent le mode d'échantillonnage sur un site réel.



Photographie 1



Photographie 2

L'expert prend le soin de faire le prélèvement le plus rapidement possible afin d'éviter que les boues ne se réhydratent pas au contact avec l'ambiance de la salle des machines (qui est généralement très humide). La spatule de bois doit être nettoyée avant et après chaque prélèvement. Les deux experts ont présenté les mêmes actions à mener pour avoir un échantillonnage correct.

Après cette étape d'échantillonnage, l'expert estime une « siccité » des boues par rapport aux références laboratoires. Pour cela il effectue certaines manipulations sur les boues :

- Faire couler la boue de la spatule vers le bécher : ici l'expert fait une mesure sensorielle des propriétés d'écoulement, a priori la mesure rend compte de la viscosité

des boues. Sur la base de cette facilité d'écoulement, la siccité est estimée en considérant que l'aptitude à glisser est liée à la siccité de la boue.

- Noter la texture visuelle de la boue : cette mesure présente une sensibilité médiocre, l'expert note si les boues sont lisses, granuleuses ou poudreuses.

A travers ces deux estimations de la qualité des boues, l'expert classe la boue dans une des trois catégories suivantes :

- Trop Humide (TH).
- Normale (N).
- Trop sèche (TS).

Les deux experts ont présenté au cours des deux premiers entretiens les mêmes qualifications pour la boue. Ceci témoigne d'un accord total concernant la manipulation des boues, et facilite la définition de l'indicateur état des boues.

L'état « Normale » est défini par rapport à la demande de l'exploitant, il présente l'objectif souhaité du traitement. Ceci dépend essentiellement de la destination finale des boues déshydratées. Les états Trop Humide et Trop Sèche reflètent un mauvais réglage de la machine.

Les experts sont incapables au cours des entretiens de définir une échelle numérique pour cette mesure. Une échelle relative à un type de traitement donné est définie sur un site réel de production. Les deux experts affirment que sur une station d'épuration il faut au moins effectuer une fois les mesures au laboratoire afin de se fixer une échelle de mesure expert. L'aptitude à l'écoulement de la boue sera directement reliée à la siccité par la mémoire visuelle de l'expert.

Le Tableau 8 présente un récapitulatif de la formulation de la mesure « indicateur boue ».

Tableau 8 : Structuration de l'indicateur Qualité de la boue

| Mesure | Définition | Mode opératoire | Mode d'évaluation | Références | Lieu de prélèvement | Instants d'évaluation |
|--------------------|---|--|--|---|---------------------|-----------------------|
| Qualité de la boue | La qualité d'une boue reflète la siccité. | 1. Prendre un échantillon dans le carter sédiment. 2. Faire couler l'échantillon de la spatule vers le bécher 3. Noter la texture visuellement | Echelle structurée relativement à un site donné. | Les mesures au laboratoire définissent les trois zones : 1. Trop Humide (TH) 2. Normale (N) 3. Trop Sèche (TS) | Carter Sédiment | |

Les instants d'évaluation posent un problème particulier aux experts, en effet ils sont incapables de définir un instant précis pour l'échantillonnage. Ils effectuent la mesure sur la siccité des boues s'ils détectent une dérive dans la conduite de la centrifugeuse.

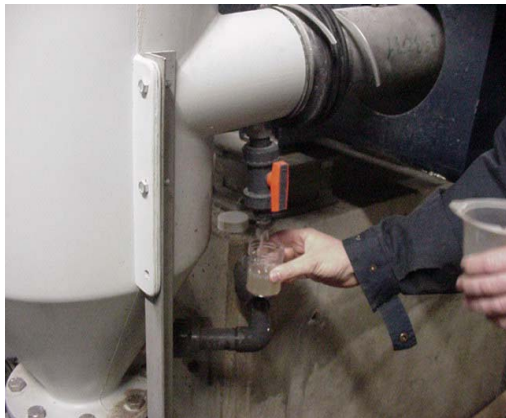
2.2.2 Formalisation de la mesure sur le centrat

La mesure de référence sur le centrat est la quantité des matières en suspension (MES) déterminée par filtration sur fibre de verre et étuvage à 105°C. Comme dans le cas des boues les experts affirment qu'il faut au moins effectuer une fois les mesures de référence afin de pouvoir se fixer sur une échelle de qualification du centrat.

Nous commençons avec les experts par définir le mode d'échantillonnage du centrat. Il se résume en deux étapes :

- Utiliser un récipient transparent et parfaitement propre.
- Récupérer un volume de 100 ml minimum du centrat à la sortie de la centrifugeuse, avant son entrée dans le pot de dégazage.

Les photographies 3 et 4 présentent cette manipulation.



Photographie 3



Photographie 4

Des problèmes de colmatage au niveau de la vanne d'échantillonnage peuvent perturber la collecte du centrat. Il est important de faire couler un peu de centrat au départ avant de récupérer l'échantillon.

La mesure est effectuée en regardant le centrat dans le récipient, l'expert note :

- La couleur du centrat : généralement appelée « teinte du centrat ».
- La taille des particules contenues dans ce dernier : le centrat peut présenter des petites particules en suspension ou des grands floccs qui précipitent ou qui flottent selon la nature des boues d'origine.

Les deux experts ont défini six états différents du centrat. Si nous avons remarqué une cohérence entre le nombre d'états de qualification du centrat, il n'était pas de même pour la terminologie utilisée.

Terminologie de l'expert 1

- Laiteux clair sans MES.
- Laiteux chargé en MES.
- Clair
- Teinté floclulé
- Teinté non floclulé
- Noir.

Terminologie de l'expert 2

- Blanc
- Clair floclulé
- Clair non floclulé
- Gris floclulé
- Gris non floclulé
- Noir

Ceci pose un problème pour le traitement des données, en effet ici nous ne savons pas si les experts ont juste un problème de terminologie ou au contraire les états du centrat cités sont complètement différents. En partant de l'hypothèse que c'est juste un problème de terminologie différente entre les deux experts, nous leur avons demandé au cours du troisième entretien (confrontation des deux experts) de s'exprimer clairement, avec des phrases simples, sur les états du centrat.

Le Tableau 9 présente les résultats de cette approche.

Tableau 9 : Comparaison de l'analyse des deux experts de la qualité du centrat

| Etat du centrat | Expert 1 | Expert 2 |
|------------------------|--|---|
| Etat 1 | Le centrat est laiteux, quand on le regarde à la lumière il paraît exempt de matières en suspension. | Le centrat est de couleur blanche. |
| Etat 2 | Le centrat est laiteux, mais présente des particules de matières en suspension de couleur noire. | Le centrat est clair avec quelques particules de grandes tailles. |
| Etat 3 | Le centrat est clair. | Le centrat est clair et ne présente pas de particules floclulées. |
| Etat 4 | Le centrat est de couleur grise avec des grosses particules agglomérées. | Le centrat est de couleur grise avec des grosses particules floclulées. |
| Etat 5 | Le centrat est de couleur grise avec des petites particules non agglomérées | Le centrat est de couleur grise avec des petites particules non floclulées. |
| Etat 6 | Le centrat est noir | Le centrat est noir |

Nous avons traité, avec les experts, les différents cas un par un afin de trouver un compromis d'appellation. Chaque état est à la fin de l'entretien qualifié par un unique indicateur :

- Etat 1 : **Laiteux/Clair.**
- Etat 2 : **Laiteux/Teinté.**
- Etat 3 : **Clair.**

- Etat 4 : **Teinté avec excès de polymère.**
- Etat 5 : **Teinté avec un taux faible ou correct de polymère.**
- Etat 6 : **Noir.**

La conclusion forte de cette analyse est que la caractérisation du centrat est bidimensionnelle et non monodimensionnelle comme nous l'avons cru au départ de l'étude. Une première dimension qui rend compte du taux de matières en suspension et une deuxième dimension qui indique le dosage de polymère. Nous avons ainsi défini au cours de ce troisième entretien une classification de centrat selon ces deux axes. La Figure 18 présente les différents domaines d'appartenance du centrat.

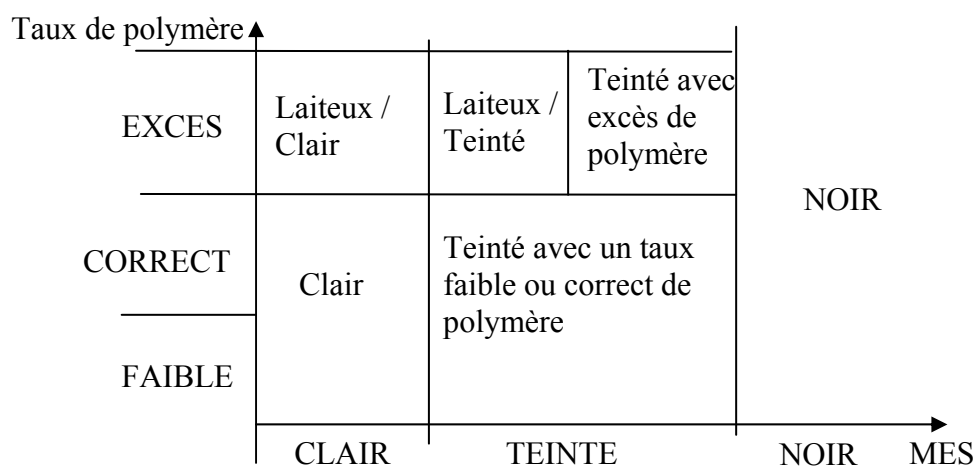


Figure 18 : Bidimensionnalité de la qualification du centrat

Nous avons défini lors de l'introduction de la notion d'indicateur sensoriel que ce dernier doit être monodimensionnel. Le résultat obtenu ici sur la qualité du centrat met en cause cette définition, en effet la qualité du centrat qui s'est avérée bidimensionnelle. Nous avons décidé de redéfinir cet indicateur, en générant deux indicateurs : teinte du centrat et taux de polymère. Les deux indicateurs identifiés ne sont pas indépendants, en effet le taux de polymère a une influence sur la teinte puisqu'il induit une couleur blanche qualifiée par le terme « Laiteux ».

L'expert 1 propose une méthode d'analyse propre à l'indicateur taux de polymère. En touchant le centrat et en se frottant les doigts, l'expert apprécie la viscosité du centrat : un centrat gluant témoigne d'un excès de polymère. Cette technique de mesure n'est pas approuvée par l'expert 2 pour des raisons d'hygiène.

Donc, pour le centrat, la formalisation de l'indicateur sensoriel est plus compliquée que pour les boues déshydratées. Toutefois, à travers la confrontation des deux experts, nous avons

abouti à une procédure commune pour la mesure des différents indicateurs. Le Tableau 10 regroupe la formalisation finale de ces deux indicateurs.

Tableau 10 : Structuration des indicateurs « Teinte du centrat » et « Taux de polymère »

| Mesure | Définition | Mode opératoire | Mode d'évaluation | Références | Lieu de prélèvement | Instants d'évaluation |
|-------------------|---|---|--|---|--|-----------------------|
| Teinte du centrat | Quantité des matières en suspension contenue dans le centrat. | 1. Prendre un échantillon à la sortie centrat. 2. Regarder le centrat à la lumière | Echelle structurée relativement à un site donné. | L'expert se réfère à la couleur du centrat pour déterminer trois zones : 1. Clair (C) 2. Teinté (T) 3. Noir (No) | Juste avant le pot de dégazage | |
| Taux de polymère | Taille des particules contenues dans le centrat. | Le mode opératoire est le même que l'indicateur « teinte du centrat ». | Echelle structurée relativement à un polymère donné. | L'expert détermine un des 4 cas suivant : 1. Laiteux 2. Excès 3. Correct 4. Faible | Même échantillon que pour l'indicateur « teinte du centrat » | |

Il est opportun de noter que l'expert effectue ces deux mesures sur le même échantillon du centrat. Au cours de cette mesure il nous paraît que la lumière utilisée pour la mesure est importante, l'appréciation d'une couleur ne se fait pas de la même manière si on se réfère à un éclairage naturel ou un éclairage artificiel. Cette constatation ne dérange pas les experts qui estiment que la lumière n'a pas d'influence sur leur évaluation de la teinte du centrat.

2.3 Formalisation des actions

2.3.1 Identification et qualification des actions

Après cette phase de qualification des produits, nous nous sommes intéressés à la commande de la centrifugeuse. Les leviers d'action définis par les experts sont soit internes à la centrifugeuse : la vitesse relative, la vitesse du bol et la hauteur de l'anneau liquide, soit externes à la centrifugeuse : le débit de polymère, le débit des boues et la qualité du polymère. Au cours des deux premiers entretiens, nous souhaitons laisser à l'expert un large choix d'action, en lui posant la question « Vous agissez sur quel paramètre en priorité ? » et ensuite nous lui avons demandé de citer plusieurs actions possibles si la première s'avère inefficace. L'expert indique que les actions ne sont pas indépendantes, une seule action peut avoir une influence plus au moins grande sur les différents indicateurs, ce qui consolide notre conclusion tirée de la bibliographie sur la complexité du procédé.

Au cours de ces entretiens, il ne s'agit pas de quantifier les actions à mener, mais juste de donner une qualification sur les différents leviers. Ces qualifications seront sous trois formes :

Augmenter, Diminuer ou Vérifier. Le terme « Ajuster » veut dire augmenter ou diminuer, il rentre donc dans le cadre de la terminologie des qualifications des actions définie au départ de l'entretien. En effet dans ce cas précis l'expert ne sait pas exactement s'il faut augmenter ou diminuer le levier d'action, ceci dépendra de la boue traitée.

Le Tableau 11 présente la base des règles définie par l'expert 1. Ce tableau est construit à double entrée. D'une part nous considérons l'entrée boue et d'autre part l'entrée centrat. Toutes les actions visent à corriger le procédé, et donc de revenir dans la case « objectif atteint ne rien toucher ».

Tableau 11 : Base de règles de l'expert 1 (avec terminologie propre à l'expert 1)

| Boue | Trop humide | normale | Trop sèche |
|-------------------------------|--|--|---|
| Centrat | | | |
| Laiteux clair sans MES | Diminuer le débit polymère ET diminuer la vitesse relative | 1 - Augmenter le débit des boues ET/OU diminuer le débit de polymère | 1 - Augmenter le débit des boues ET/OU diminuer le débit de polymère OU 2 - Augmenter la vitesse relative |
| Laiteux chargé en MES | 1- Vérifier l'anneau liquide ET diminuer la vitesse relative OU 2 - augmenter le débit de polymère ET/OU baisser le débit des boues | 1 - Augmenter le débit des boues ET/OU diminuer le débit de polymère OU 2 - Vérifier l'anneau liquide ET ajuster la vitesse relative | 1 - Augmenter le débit des boues ET/OU diminuer le débit de polymère OU 2 - Augmenter la vitesse relative |
| Clair | 1- Diminuer la vitesse relative | OBJECTIF atteint ne rien faire | 1- Augmenter la vitesse relative OU 2 - Diminuer la vitesse du bol ET augmenter le débit des boues OU 3 - Diminuer le débit de polymère |
| Teinté Floculé | 1- Vérifier l'anneau liquide ET diminuer le débit des boues OU 2 - Vérifier la qualité du polymère OU 3 - Augmenter la vitesse du bol | 1 - Augmenter la vitesse relative OU 2 - Augmenter l'anneau liquide OU 3 - Augmenter la vitesse du bol | 1 - Augmenter la vitesse relative OU 2 - Augmenter l'anneau liquide |
| Teinté non Floculé | 1- Diminuer le débit des boues ET/OU augmenter le débit de polymère OU 2 – diminuer la vitesse relative | 1 - Augmenter le débit de polymère ET/OU baisser le débit des boues | |
| Noir | 1- Diminuer le débit des boues ET/OU augmenter le débit de polymère OU 2 - vérifier la qualité du polymère OU 3 - Vérifier l'anneau liquide | 1- Diminuer le débit des boues ET/OU augmenter le débit de polymère OU 2 - vérifier la qualité du polymère OU 3 - Vérifier l'anneau liquide | |

Les actions mentionnées dans le Tableau 11 sont hiérarchisées dans un ordre précis, en effet l'expert explique que l'action citée en premier est à effectuer en priorité, si elle ne donne pas le résultat souhaité (revenir vers la case objectif) il faut appliquer la deuxième action.

Tableau 12 : Base de règles de l'expert 2 (avec terminologie propre à l'expert 2)

| Boue | Trop humide | normale | Trop sèche |
|--------------------------|--|--|--|
| Centrat Blanc | Diminuer le débit polymère ET diminuer la vitesse relative OU | 1 - Augmenter le débit des boues ET/OU diminuer le débit de polymère OU 2 - Diminuer la vitesse du bol | 1 - Augmenter le débit des boues ET/OU diminuer le débit de polymère OU 2 - Augmenter la vitesse relative OU 3 - Diminuer la vitesse du bol |
| Clair floculé | 1- Vérifier l'anneau liquide ET diminuer la vitesse relative OU 2 - augmenter le débit de polymère ET/OU baisser le débit des boues | 1 - Augmenter le débit des boues ET/OU diminuer le débit de polymère OU 2 - Vérifier l'anneau liquide ET ajuster la vitesse relative OU 3 - Augmenter la vitesse relative | 1 - Augmenter le débit des boues ET/OU diminuer le débit de polymère OU 2 - Augmenter la vitesse relative OU 3 - Diminuer la vitesse du bol |
| Clair non floculé | 1- Diminuer la vitesse relative | OBJECTIF atteint ne rien faire | 1- Augmenter la vitesse relative OU 2 - Diminuer la vitesse du bol ET augmenter le débit des boues OU 3 - Diminuer le débit de polymère |
| Gris floculé | 1- Vérifier l'anneau liquide OU 2 - Augmenter la vitesse du bol OU 3 - Augmenter la vitesse relative OU 4 - Augmenter le débit de polymère ET/OU diminuer le débit des boues | 1 - Augmenter la vitesse relative OU 4 - Augmenter le débit des boues ET/OU diminuer le débit de polymère | 1 - Augmenter la vitesse relative OU 3 - Augmenter le débit des boues ET/OU diminuer le débit de polymère |
| Gris non floculé | 1- Diminuer le débit des boues ET/OU augmenter le débit de polymère OU 2 -augmenter la vitesse relative OU 3 - Vérifier l'anneau liquide | 1 - Augmenter le débit de polymère ET/OU baisser le débit des boues OU 2 - Augmenter la vitesse relative | 1 - Augmenter la vitesse relative. OU 2 - Ajuster l'anneau liquide. |
| Noir | 1- Diminuer le débit des boues ET/OU augmenter le débit de polymère OU 2 - vérifier la qualité du polymère OU 3 - Vérifier l'anneau liquide OU 4 - Augmenter la Vitesse relative | 1- Diminuer le débit des boues ET/OU augmenter le débit de polymère OU 2 - vérifier la qualité du polymère OU 3 - Vérifier l'anneau liquide OU 4 - Augmenter la vitesse relative | |

Nous avons ensuite dans un entretien indépendant, interrogé l'expert 2 de la même manière. . Le Tableau 12 présente la base des règles définie par l'expert 2. La présentation du procédé, des entrées/sorties et des leviers d'action est en accord totale avec le 1^{er} expert. Les connaissances empiriques sur le procédé sont les mêmes, ce qui est rassurant

Les deux experts n'agissent pas de la même façon, la confrontation entre les deux experts sert à résoudre ce problème.

Après avoir résolu le problème de terminologie sur la qualification du centrat au cours de la confrontation des deux experts, nous leur avons demandé de remplir un nouveau tableau se basant sur les nouvelles qualifications. Les deux experts ont convenu que les actions de changement du débit des boues et du débit de polymères sont fortement liées, ce qui confirme notre analyse bibliographique traitée dans la partie 1 de ce travail (Figure 7). C'est ainsi que nous voyons apparaître sur le Tableau 13 ces deux actions reliées par l'opérateur logique **OU**.

En effet ces deux actions agissent de la même façon sur la floculation des boues, et la réaction de la machine est sensiblement la même. Il a été ainsi décidé de définir deux stratégies des actions différentes selon les contraintes d'exploitation :

- Si l'exploitant ne veut pas modifier le débit de polymère, il ajustera le débit des boues.
- Si l'exploitant ne veut pas modifier le débit des boues, il ajustera le débit de polymère.

Ainsi notre tableau final de recueil peut être divisé en deux tableaux distincts selon la stratégie d'action choisie.

Tableau 13 : Base de règles finale (avec terminologies commune aux deux experts)

| Boue Centrat | Trop humide | normale | Trop sèche |
|---|---|---|---|
| Laiteux / clair | (Augmenter le débit des boues OU Diminuer le débit polymère) ET diminuer la vitesse relative | (Augmenter le débit des boues OU Diminuer le débit du polymère) ET Diminuer la vitesse du bol | (Augmenter le débit des boues OU diminuer le débit de polymère) ET Diminuer la vitesse du bol ET Augmenter la vitesse relative |
| Laiteux / teinté | (Diminuer le débit des boues OU Augmenter le débit polymère) ET Diminuer la vitesse relative ET Vérifier l'anneau liquide | (Augmenter le débit des boues OU Diminuer le débit du polymère) ET Augmenter la vitesse relative ET Vérifier l'anneau liquide | (Augmenter le débit des boues OU Diminuer le débit du polymère) ET Augmenter la vitesse relative ET Diminuer la vitesse du bol |
| Clair | (Diminuer le débit des boues OU Augmenter le débit polymère) ET diminuer la vitesse relative ET Augmenter la vitesse du bol | OBJECTIF atteint ne rien toucher | (Augmenter le débit des boues OU Diminuer le débit du polymère) ET Augmenter la vitesse relative ET Diminuer la vitesse du bol |
| Teinté avec Excès de polymère | (Diminuer le débit des boues OU Augmenter le débit polymère) ET Augmenter la vitesse relative ET Augmenter la vitesse du bol ET Vérifier l'anneau liquide | (Augmenter le débit des boues OU Diminuer le débit polymère) ET Augmenter la vitesse relative ET Augmenter la vitesse du bol ET Vérifier l'anneau liquide | (Augmenter le débit des boues OU Diminuer le débit polymère) ET Augmenter la vitesse relative ET Vérifier l'anneau liquide |
| Teinté avec un taux de polymère Correct ou Faible | (Diminuer le débit des boues OU Augmenter le débit polymère) ET Diminuer la vitesse relative ET Vérifier l'anneau liquide | (Diminuer le débit des boues OU Augmenter le débit polymère) ET Augmenter la vitesse relative | Augmenter la vitesse relative ET Vérifier l'anneau liquide |
| NOIR | (Diminuer le débit des boues OU Augmenter le débit polymère) ET Vérifier l'anneau liquide | (Diminuer le débit des boues OU Augmenter le débit polymère) ET Vérifier l'anneau liquide | |

Le cas représenté en rouge sur le Tableau 13 présente un dysfonctionnement de la centrifugeuse qui ne peut pas être atteint par la machine. Les experts n'ont jamais rencontré ce type de fonctionnement sur le terrain.

Toutes les actions dans la base de règles visent à revenir vers la case OBJECTIF et ainsi optimiser le fonctionnement de la centrifugeuse.

Les deux experts se sont mis d'accord sur un nombre minimum d'action à garder pour optimiser le fonctionnement de la centrifugeuse. C'est pour cette raison que nous voyons que certaines actions apparaissent et d'autres qui disparaissent entre les règles établies lors des

deux premiers entretiens et les règles finales. La case rouge indique une situation jamais rencontrée en marche normale de la machine.

Nous proposons une analyse de ces différentes actions en comparaison avec ce qui a été retenu dans le premier chapitre. Les différents leviers d'actions étudiés sont :

- La vitesse relative : elle est citée dans 12 cas sur 18 possibles. Une augmentation de la V_r est recommandée dans tous les cas où la boue Trop Sèche (TS). En effet comme expliqué dans l'étude bibliographique une augmentation de la V_r entraîne une extraction accélérée des solides et donc diminue la siccité des boues. D'un autre côté elle clarifie le centrat ce qui est en accord avec notre analyse du procédé.
- Le débit de polymère : Il est pratiquement cité dans tous les cas du tableau. Quand le centrat est chargé en MES, nous avons vu en bibliographie qu'une des solutions serait de favoriser la floculation. Les experts confirment cette analyse puisqu'ils augmentent le débit de polymère, même dans le cas où le centrat présente déjà un excès de polymère. En effet, le premier objectif du traitement est de revenir vers la case centrale (case « objectif atteint »), nous voyons clairement ici que les experts relèguent l'optimisation de la consommation de polymère en deuxième position. Il y a aussi des cas où il est difficile de justifier physiquement l'action des experts, comme pour le cas Clair/TS où les experts diminuent le débit de polymère, nous pensons que pour ce cas un changement de la V_r suffirait à corriger le procédé, ce qui n'était pas le cas pour les experts. Dans ces conditions, l'expérience des experts a mené à combiner plusieurs actions pour revenir vers l'objectif du traitement.
- Le débit des boues : La même analyse expliquée pour le cas du débit de polymère s'applique ici. En effet les deux leviers d'actions semblent être liés par le taux de floculation des boues, ce qui est adéquat avec le diagramme d'influence que nous avons dressé dans la Figure 7.

- La vitesse du bol : elle est citée dans 7 cas sur les 18 possibles du tableau. Ce levier d'action est moins important que les trois précédents. Si nous analysons la ligne où le centrat est Clair, il paraît que l'augmentation de la vitesse du bol augmente la siccité des boues et vice versa. La ligne d'après (centrat Teinté) prouve qu'une augmentation de la vitesse du bol, clarifie le centrat. Ces deux constatations sont logiques, puisqu'une augmentation de la vitesse du bol augmente le G dans l'enceinte de centrifugation et favorise la décantation des particules donc une augmentation de la siccité des boues et une clarification du centrat.
- L'anneau liquide : La connaissance des experts concernant ce levier d'action est qualitative. Le terme « Vérifier » prouve une méconnaissance de l'effet qu'a ce paramètre sur les produits. Les experts affirment que les connaissances bibliographiques ne donnent pas satisfaction sur les sites de production, seul l'expérimentation peut trancher sur le fait d'augmenter ou de diminuer ce paramètre.

2.3.2 Validation du tableau de recueil

La validation du tableau de recueil est indispensable avant de passer à la phase de développement du logiciel d'aide à la décision. Elle peut s'effectuer en présence d'un ou des deux experts. La validation se déroule en posant des questions de type : « Quand le centrat est clair et la boue est trop humides, quelles sont les actions à mener ? ». La réponse de l'expert est confrontée au tableau de recueil final. Nous avons effectué 34 points de validation avec l'expert 2, aucun cas litigieux n'a été noté. Nous avons pris soin de faire au moins deux répétitions par cas.

2.3.3 Commentaires et discussion

La méthode de recueil appliquée ici s'est avérée bien adaptée au procédé. Les deux premiers recueils ont permis de récupérer deux analyses indépendantes, ce qui a permis d'enrichir notre connaissance concernant le fonctionnement de la machine. Le choix de deux experts avec des expériences différentes a permis d'identifier les différentes techniques d'analyse des produits à la sortie de la centrifugeuse. Il était à plusieurs reprises essentiel de recadrer le contexte de déshydratation choisi, les experts pensent très vite aux cas problématiques de traitement. Le savoir faire des deux experts présente quelques différences, une des solutions pour résoudre ce problème est l'organisation d'une séance de confrontation. Au bout des trois séances, nous disposons d'un tableau global regroupant tous les états des produits rencontrés lors de la déshydratation des boues. Cette technique a permis de **redéfinir le problème industriel**. Au

début du projet, il s'agissait simplement de mesurer la quantité de matières en suspension dans le centrat. A la fin du recueil, il faut au moins mesurer trois paramètres pour piloter la machine.

Un opérateur disposant du tableau final de recueil et sachant évaluer les produits de sortie de la centrifugeuse est capable, en théorie, de piloter une centrifugeuse sans risques majeurs.

Il faut aussi noter que lors des entretiens, la relation entre l'expert et l'interviewer est essentiel dans la construction de la démarche. Trois éléments peuvent perturber le déroulement des recueils :

- La disponibilité des experts : il est nécessaire que les experts soient disponibles pendant deux journées entières, ce qui n'est pas toujours facile puisqu'ils ont d'autres tâches à réaliser.
- La motivation des experts : Plusieurs outils sont utiles pour maintenir la motivation des experts :
 - Tenir les experts au courant de l'avancement du projet, leur montrer les progrès du recueil et de la formalisation avec des outils qui permettent une visualisation rapide de cet avancement sous la forme de tableau, de schémas, d'interface,
 - Montrer et transmettre son enthousiasme,
 - Savoir se placer dans une situation d'écoute tout en dirigeant les entretiens.
 - Savoir être critique pour attirer au maximum la confiance de l'expert.
- Les intervenants : L'idéal serait que le recueil se déroule en la présence de l'expert et de l'interviewer uniquement. L'apport d'une tierce personne est discutable.

2.3.4 Les Outils mathématiques de formalisation des actions

2.3.4.1 Le système entrées / sorties

Nous avons fixé comme objectif de développer un logiciel dont les entrées sont les indicateurs sensoriels et les sorties sont les leviers à actionner afin de corriger le procédé. Dans tout le travail de recueil d'expertise, nous avons effectué toutes les analyses de façon qualitative, nous devons dans cette partie de l'étude quantifier les différents paramètres. La quantification se base encore une fois sur la connaissance des experts.

2.3.4.2 Quantification des entrées (ou fuzzification des indicateurs)

- Indicateur « qualité de la boue »

L'expert affirme qu'il est capable d'identifier une gradualité entre les trois états : Trop Humide (TH), Normale (N) et Trop Sèche (TS).

L'analyse par la logique floue se base sur le calcul d'une fonction d'appartenance. La Figure 19 présente les détails d'une telle approche. Ainsi à chaque analyse des boues les indicateurs TH, N et TS prennent des valeurs réelles dont la somme est égale à 1. La détermination des quatre seuils est laissée au soin de l'expert qui affirme que chaque boue présente ses propres seuils déterminés au préalable par l'analyse au laboratoire (généralement en référence à la mesure de la siccité des boues).

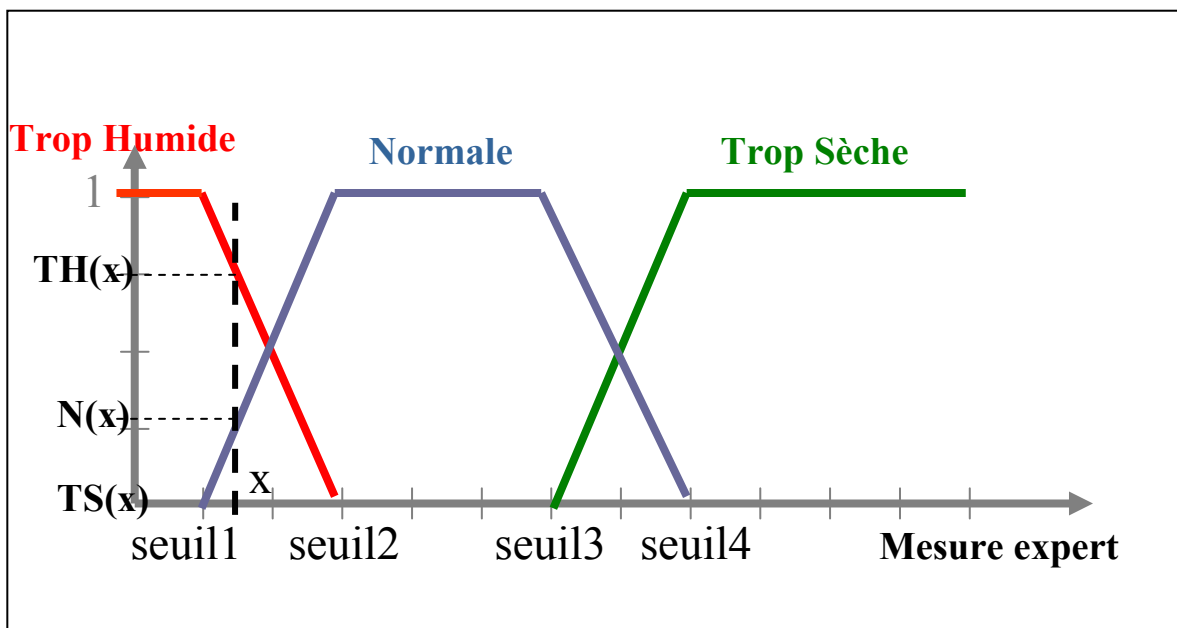


Figure 19 : Fonction d'appartenance de l'indicateur de l'état des boues

Le besoin de référence pour étalonner la mesure expert est un point discutable de l'étude. Le mode opératoire pour la mesure de l'état de la boue repose sur une expérience ultérieure du rapport entre la mesure de référence (siccité des boues) et la mesure expert (qualification de la boue). L'expert affirme que dans les conditions de déshydratation des boues urbaines la condition $seuil1 \neq seuil2 \neq seuil3 \neq seuil4$ est vérifiée, il existe toujours une plage de gradualité linéaire entre les seuils. Cette notion de seuil mérite une étude de sensibilité que nous n'avons pas effectué au cours de notre étude faute de temps. La robustesse du système finale dépendra largement de la plage de gradualité entre les différents états des boues déshydratées.

- Indicateur « teinte de centrat »

Comme dans le cas des boues, l'expert détermine quatre seuils pour sa mesure et trois états : Clair (C), Teinté (T) et Noir (No). La mesure de référence dans ces conditions est le taux de

matière en suspension (MES) obtenue par filtration, ceci est justifié par la relation couleur/MES confirmée par les experts.

D'après les experts, dans le cas de déshydratation des boues urbaines, la condition $seuil1 \neq seuil2$ est toujours vérifiée, mais $seuil3$ peut-être égale à $seuil4$. Ceci prouve que la résolution de la mesure expert n'est pas toujours la même sur différents sites de production. La valeur des seuils est aussi déterminée par référence aux MES mesurées sur le centrât étudié, encore une fois ici, une étude de robustesse du système pourra amener une réponse à cette notion.. La Figure 20 présente d'une façon schématique l'approche de mesure expert par la logique floue.

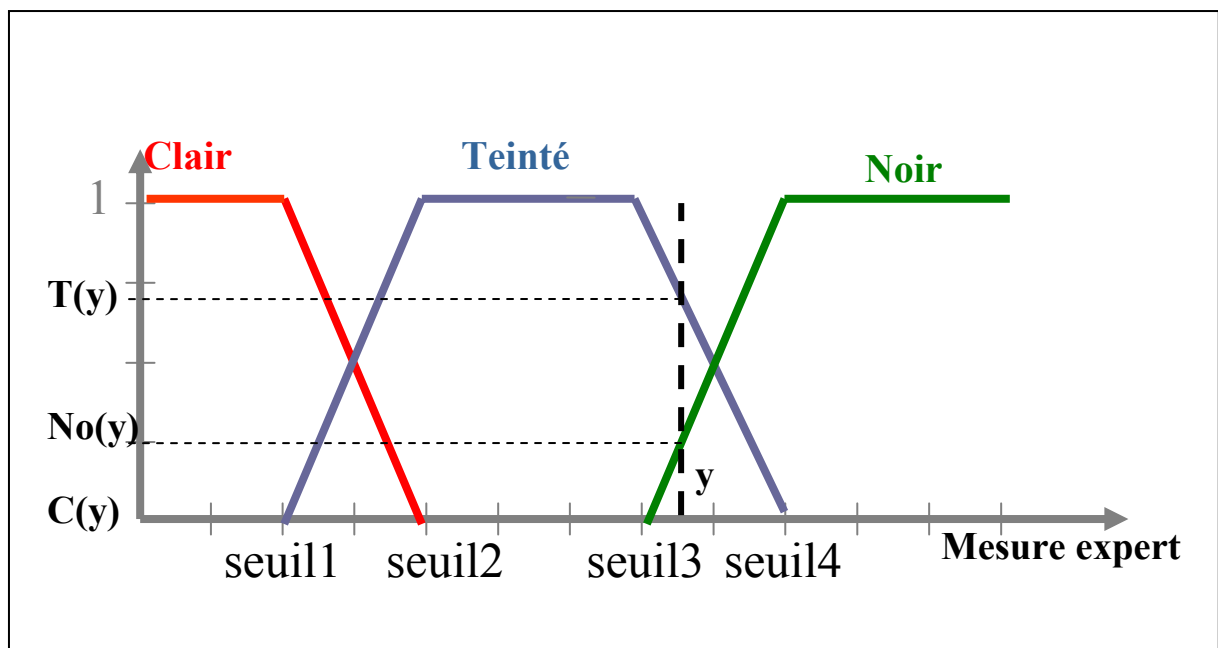


Figure 20 : Fonction d'appartenance de l'indicateur teinte du centrât

- Indicateur Taux de polymère dans le centrât

A l'inverse des deux autres indicateurs, le taux de polymère n'est pas une fonction continue. L'expert ne peut pas détecter une gradualité entre les différents états.

L'expertise du centrât reste sous forme symbolique, les valeurs données par l'expert sont :

- Laiteux
- Faible
- Correct
- Excès

2.3.4.3 Quantification des sorties

Les sorties correspondent aux actions à mener sur le procédé afin de revenir vers l'objectif fixé du traitement. Au cours de la phase du recueil, les actions sont qualitatives. Il nous faut pour cette partie quantifier les actions.

Il est difficile pour l'expert de donner des chiffres pour les actions. En effet ce n'est que sur site qu'il peut déterminer avec exactitude les valeurs à donner aux nouvelles consignes de fonctionnement. Nous lui avons proposé de donner une approximation de l'action qu'il mène sur site. Avec cette approche l'expert a indiqué qu'au maximum il augmente ou il baisse les paramètres de 10%. Ainsi nous avons convenu d'attribuer cette valeur de 10% aux différents cas de la base de règles. Nous noterons, pour des raisons de clarté, dans ce qui suit :

- V_r : Vitesse relative.
- V_a : Vitesse du bol.
- D_p : débit de polymère.
- D_b : débit des boues.

En tenant compte des différentes phases de l'évolution du recueil d'expertise, nous avons décidé de reformuler le tableau général en sous tableaux prenant en compte les deux stratégies d'action identifiées. Ainsi nous avons obtenu deux bases de règles différentes : dans la première nous nous trouvons sous la contrainte de débit de boues fixe et dans la deuxième sous la contrainte de débit de polymère fixe. Selon l'état de polymère, qui à l'inverse des deux autres indicateurs présente une valeur discrète, nous avons créé 8 bases de règles simples. Cette démarche est illustrée dans le Tableau 14.

Tableau 14: Identification des nouvelles bases de règles.

| Polymère Stratégie | Faible | Correct | Excès | Laiteux |
|------------------------------|---------------|----------------|--------------|----------------|
| Stratégie 1 (D_b fixé) | Base 1 | Base 2 | Base 3 | Base 4 |
| Stratégie 2 (D_p fixé) | Base 5 | Base 6 | Base 7 | Base 8 |

Nous allons traiter en détail les sorties de la base 1. En annexe 10, les tableaux complets sont proposés. La base 1 contient deux indicateurs sensoriels que sont « la teinte du centrat » et « la qualité de la boue » et elle se trouve sous une contrainte d'exploitation du site qui indique de ne pas toucher au débit des boues. Le Tableau 15 présente les relations reliant les indicateurs aux actions.

Tableau 15 : Base de règles 1

| Boues Centrat | TH | N | TS |
|---------------|---|--|---|
| C | R1 Diminuer V_r de 10% ET Augmenter D_p de 10% ET Augmenter V_a de 10% | R2 Objectif atteint | R3 Augmenter V_r de 10% ET Diminuer D_p de 10% ET Diminuer V_a de 10% |
| T | R4 Diminuer V_r de 10% ET Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R5 Augmenter V_r de 10% ET Augmenter D_p de 10% | R6 Augmenter V_r de 10% ET Vérifier l'anneau liquide |
| No | R7 Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R8 Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R9 |

Cette base de règle simplifiée est plus exploitable que le tableau général du recueil. La sortie du système est la quantification des différentes actions. Les liens dans cette base sont des règles Takagi-Sugeno (Takagi et Sugeno, 1985). A chaque règle d'une base de règles R_j est associé un degré d'activation $\alpha_j R_j$ et un paramètre sur la sortie P_{R_j} constant pour chaque règle j . Les sorties d_i sont calculées par l'équation 2.

$$d_i = \frac{\sum_j \alpha_j R_j * P_{R_{ji}}}{\sum_j \alpha_j R_j}$$

La méthode de Takagi-Sugeno est utilisée car les sorties du modèle sont numériques (actions sur un levier d'action). Elle est bien adaptée à notre cas d'étude puisque l'entrée de notre système sont des données symboliques et nous voulons obtenir des sorties numériques.

L'application de cette méthode dans notre cas est la suivante : pour chaque règle de la base 1 est associé un degré d'activation selon les équations suivantes :

- $\alpha_1 R_1 = C * TH$
 - $\alpha_2 R_2 = C * N$
 - $\alpha_3 R_3 = C * TS$
 - $\alpha_4 R_4 = T * TH$
 - $\alpha_5 R_5 = T * N$
 - $\alpha_6 R_6 = No * TH$
 - $\alpha_7 R_7 = No * TH$
 - $\alpha_8 R_8 = No * N$
 - $\alpha_9 R_9 = No * TS$
- Avec ici
- $$\sum_j \alpha_j R_j = 1$$

Toutes les valeurs R_i sont comprises entre 0 et 1, aucune règle n'a le droit d'être activée à une valeur supérieure à 1. Le choix de ce système de défuzzification reflète la réalité sur site de production (cette défuzzification est comprise dans l'équation de Takagi-Sugeno), en effet l'expert prend en compte tous les indicateurs au même temps et les relie directement avec les actions adéquate.

Après nous faisons un bilan sur les actions à mener. Notons dV_r , dD_p et dV_b les bilans sur respectivement V_r , D_p et V_b . Selon la base de règles 1 (Tableau 15) nous obtenons :

$$dV_r = (-\alpha_1 R_1 + \alpha_3 R_3 - \alpha_4 R_4 + \alpha_5 R_5 + \alpha_6 R_6) \times 10\%$$

$$dD_p = (\alpha_1 R_1 - \alpha_3 R_3 + \alpha_4 R_4 + \alpha_5 R_5 + \alpha_7 R_7 + \alpha_8 R_8) \times 10\%$$

$$dV_a = (\alpha_1 R_1 - \alpha_3 R_3) \times 10\%$$

Ainsi les nouvelles consignes du procédé sont calculées selon les équations suivantes :

$$V_r^{t+1} = V_r^t \times (1 + dV_r)$$

$$D_p^{t+1} = D_p^t \times (1 + dD_p)$$

$$V_a^{t+1} = V_a^t \times (1 + dV_a)$$

Avec

$$\left\{ \begin{array}{l} V_r^t : \text{Valeur de la vitesse relative avant la mesure} \\ V_r^{t+1} : \text{Valeur de la vitesse relative après la mesure} \\ D_p^t : \text{Valeur du débit de polymère avant la mesure} \\ D_p^{t+1} : \text{Valeur du débit de polymère après la mesure} \\ V_a^t : \text{Valeur de la vitesse du bol avant la mesure} \\ V_a^{t+1} : \text{Valeur de la vitesse du bol après la mesure} \end{array} \right.$$

En ce qui concerne l'action « Vérifier l'anneau liquide » (AL), qui est difficile d'accès sur site réel, nous calculons une valeur d'activation selon l'équation

$$AL = \left(\frac{\alpha_4 R_4 + \alpha_6 R_6 + \alpha_7 R_7 + \alpha_8 R_8}{4} \right) \times 100 \text{ en } \%. \text{ Une valeur de } 100\% \text{ veut dire qu'il faut}$$

absolument vérifier le niveau hydraulique à l'intérieur de la machine, une valeur comprise entre 0 et 100% rend compte de l'importance du réglage de ce paramètre dans le cas étudié.

Nous effectuons les mêmes calculs pour les 7 autres bases de règles.

2.3.4.4 Structure du système entrées/sorties

Le système que nous devons développer est représenté par la Figure 21 . Les entrées sont les mesures de l'expert (ou de l'opérateur) représentées par la valeur des différents indicateurs.

Les sorties sont les nouvelles consignes du procédé.

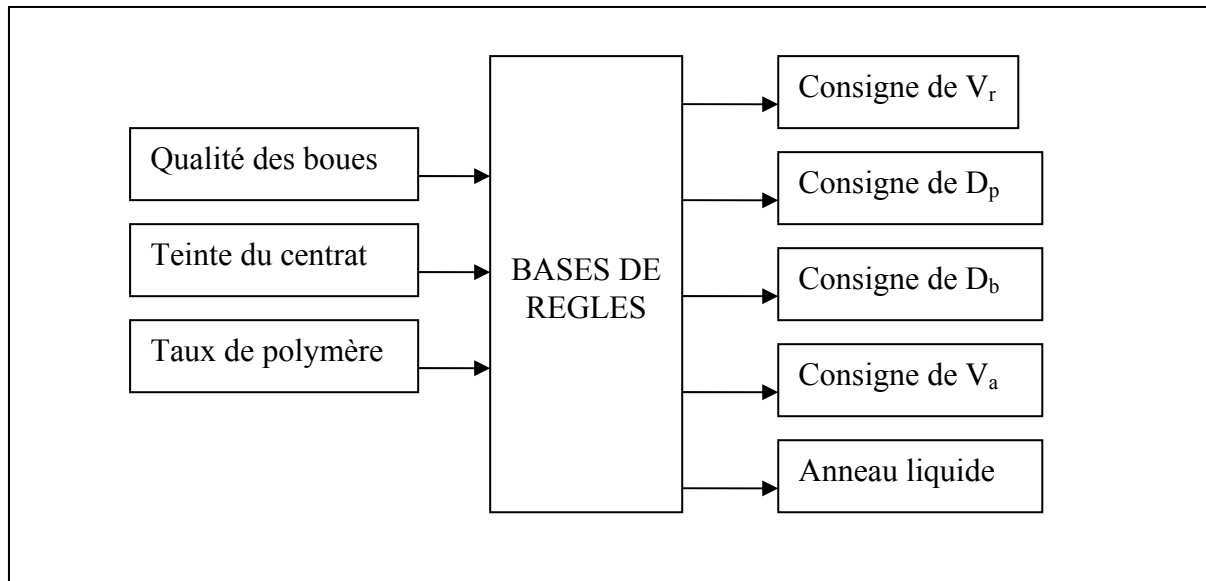


Figure 21 : Système entrées / sorties développés

2.3.4.4.1 Développement d'une interface d'aide à la décision

Nous avons développé l'interface sous Matlab, le choix du module de programmation est justifié par la disponibilité du logiciel dans le laboratoire et le gain de temps en développement avec cet outil.

Afin de satisfaire la demande des experts, nous avons choisi de mettre des barres de défilement pour les indicateurs « teinte du centrât » et « boues déshydratées ». Il s'est avéré à l'usage que l'utilisation d'une barre de défilement est plus facilement exploitable par l'expert. Les différents seuils de séparation entre les états sont laissés vides afin de pouvoir utiliser le logiciel sur plusieurs sites différents. Ces seuils doivent être complétés par l'expert avant l'utilisation du logiciel. Un tableau simple regroupant le croisement entre les deux indicateurs permet à l'expert de visualiser dans quel cas de traitement il se trouve, la case « objectif » est colorée en vert tandis que la case « dysfonctionnement » est rouge. La Figure 22 présente l'interface graphique développée.

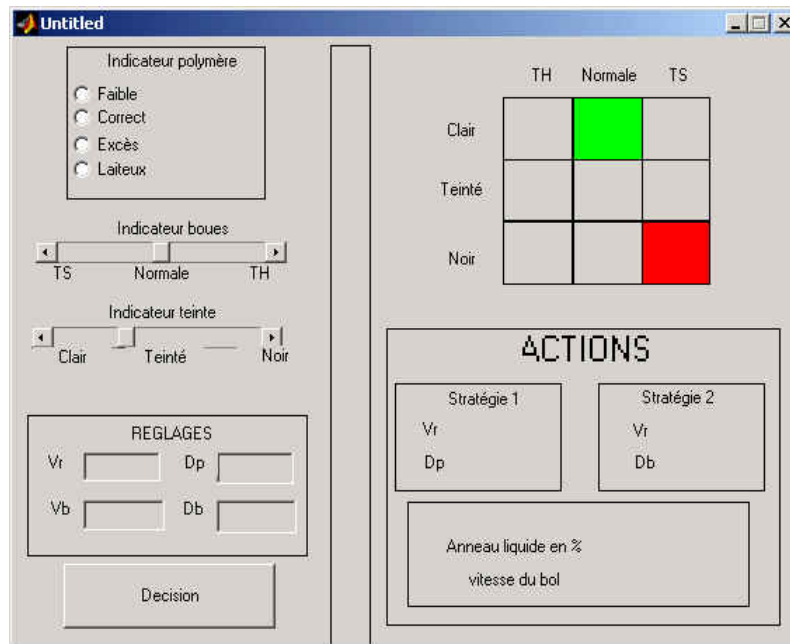


Figure 22 : Interface d'aide à la décision développée

L'utilisation de cette interface repose sur quelques règles :

- L'utilisateur entre la qualification des différents indicateurs, en cochant la catégorie adéquate du « Taux de polymère », et en positionnant les barres de défilement sur les valeurs mesurées des deux autres indicateurs. Bien sûr ici nous parlons de la mesure expert, donc l'utilisateur du logiciel doit savoir mesurer.
- L'utilisateur entre les réglages de la centrifugeuse (avant actions).
- Enfin l'utilisateur appuie sur la touche « Décision ».

Après ces étapes, le logiciel fournit les résultats concernant :

- Les degrés d'activation des règles portés directement sur le tableau (valeurs numériques).
- Les nouvelles consignes à fixer pour optimiser le fonctionnement et revenir vers la case « Objectif »

Après validation du logiciel hors site, nous sommes passés à une validation sur site réel de production. La validation hors site n'a posé aucun problème puisque la notion de seuils entre les différents états des indicateurs n'entre pas en jeu.

Pour une étape finale d'utilisation par l'industriel de ce logiciel, il peut se contenter d'utiliser un logiciel de calcul moins onéreux que Matlab (Excel par exemple).

2.4 Validation sur site du recueil d'expertise

Nous avons effectué 8 points de validation sur le site de déshydratation des boues urbaines de Vierzon. Les différents seuils sont fixés par l'expert avant les essais, sa connaissance du site et des boues traitées lui ont permis de fixer facilement ces valeurs. Les seuils sont exprimés en siccité (%) pour les boues déshydratées et en concentration en MES pour le centrat (g.L^{-1}). Il s'est avéré très difficile de réaliser ces validations, car la conduite de la centrifugeuse est sous contrôle du chef de la station d'épuration. En effet, dès que l'on s'approche de zone de dysfonctionnement l'exploitant demande de régler la machine vers un fonctionnement optimisé afin de limiter la dérive. L'expert a choisi une stratégie où il ne change pas le débit des boues (contrainte imposée par l'exploitant). Au début des essais l'expert a défini les différents seuils pour l'indicateur « boues déshydratées », ces seuils ont des valeurs de 20%, 40%, 60% et 80%, l'expert affirme que ces valeurs sont prises en référence au couple mesuré sur la machine. En ce qui concerne la « teinte du centrat » l'expert a défini quatre seuils qui sont de 1 ; 1,5 ; 2,5 et 3 g.L^{-1} , ces seuils sont établis suivant l'expérience de l'expert et les mesures de références au laboratoire qu'il a effectuées auparavant. Le Tableau 16 présente le résultat de ces essais.

Tableau 16 : Résultat de validation du logiciel sur le site de Vierzon

| Point | Réglages de la machine | | | | Mesures des indicateurs par l'expert | | | Sorties du logiciel | | | | | Actions de l'expert |
|-------|------------------------|----------------|----------------|----------------|--------------------------------------|----------|-------|---------------------|----------------|----------------|----------------|----|---|
| | V _r | V _a | D _b | D _p | Teinte | Polymère | Boues | V _r | V _a | D _b | D _p | AL | |
| 1 | 3,7 | 3200 | 22 | 1150 | C | Correct | TH/N | 3,3 | 3488 | 20 | 1250 | 0 | V _r = 3 |
| 2 | 3,0 | 3200 | 22 | 1150 | T | Correct | TH/N | 3,3 | 3200 | 20 | 1255 | 0 | V _r = 3,3 |
| 3 | 3,5 | 3200 | 22 | 1150 | C/T | Correct | TH/N | 3,6 | 3200 | 21 | 1180 | 0 | V _r = 3,7 |
| 4 | 4,0 | 3200 | 22 | 1150 | C | Correct | N | 4,0 | 3200 | 22 | 1150 | 0 | Rien |
| 5 | 4,1 | 3200 | 22 | 1150 | C | Correct | N | 4,1 | 3200 | 22 | 1150 | 0 | Rien |
| 6 | 6,0 | 3200 | 22 | 1150 | C | Correct | TH | 5,4 | 3520 | 20 | 1265 | 0 | V _r = 5,2 |
| 7 | 5,4 | 3200 | 22 | 1150 | C | Correct | TH | 5,0 | 3424 | 21 | 1230 | 0 | V _r = 5 D _p = 1250 |
| 8 | 5,0 | 3200 | 22 | 1150 | C | Excès | TH | 5,3 | 3000 | 24 | 1125 | 0 | V _r = 5,3 D _p = 1110 |

Nous avons remarqué, sur les 8 cas rencontrés, que l'expert n'actionne qu'un paramètre à la fois, mais n'atteint l'objectif qu'après deux ou trois réglages successifs. Le logiciel propose des consignes différentes pour la vitesse du bol que l'expert n'a pas utilisées. En effet, par coutume ce paramètre n'est pas modifié. L'expert n'est pas au courant de la réponse du logiciel quand il choisit les actions à mener, après, sa décision est confrontée à celle du logiciel. Dans tous les cas l'expert a approuvé la réponse du logiciel. Cette réponse lui paraît plus riche en information que son action propre.

Nous pouvons suivre l'évolution des différents paramètres selon la décision de l'expert et celle du logiciel en traçant les courbes (Figure 23) des actions menées sur la centrifugeuse.

Nous observons un accord total pour la valeur de la vitesse relative, sauf pour les points 1 et 6 où une légère différence est notée. Cette différence est de $0,3 \text{ tr.min}^{-1}$ pour le point 1 et de $0,2 \text{ tr.min}^{-1}$ pour le point 6, ce qui reste acceptable devant les 10% de marge que nous nous autorisons. Notons aussi que l'expert a toujours modifié ce levier d'action, ce qui reflète l'importance du paramètre vitesse relative par rapport au procédé et confirme notre conclusion de la partie 1.

En ce qui concerne la courbe pour le débit de polymère, nous remarquons que le logiciel a anticipé l'augmentation du débit au point 6, l'expert n'a effectué cette augmentation que dans le point 7, donc en retard par rapport au logiciel. L'expert a approuvé cette action, en affirmant qu'il aurait dû augmenter le débit de polymère au coup d'avant. Ceci pose bien le problème : est-ce que le modèle expert est plus complet que l'expert ? Dans notre cas il est difficile de répondre à cette question puisque nous n'avons pu valider le logiciel que partiellement.

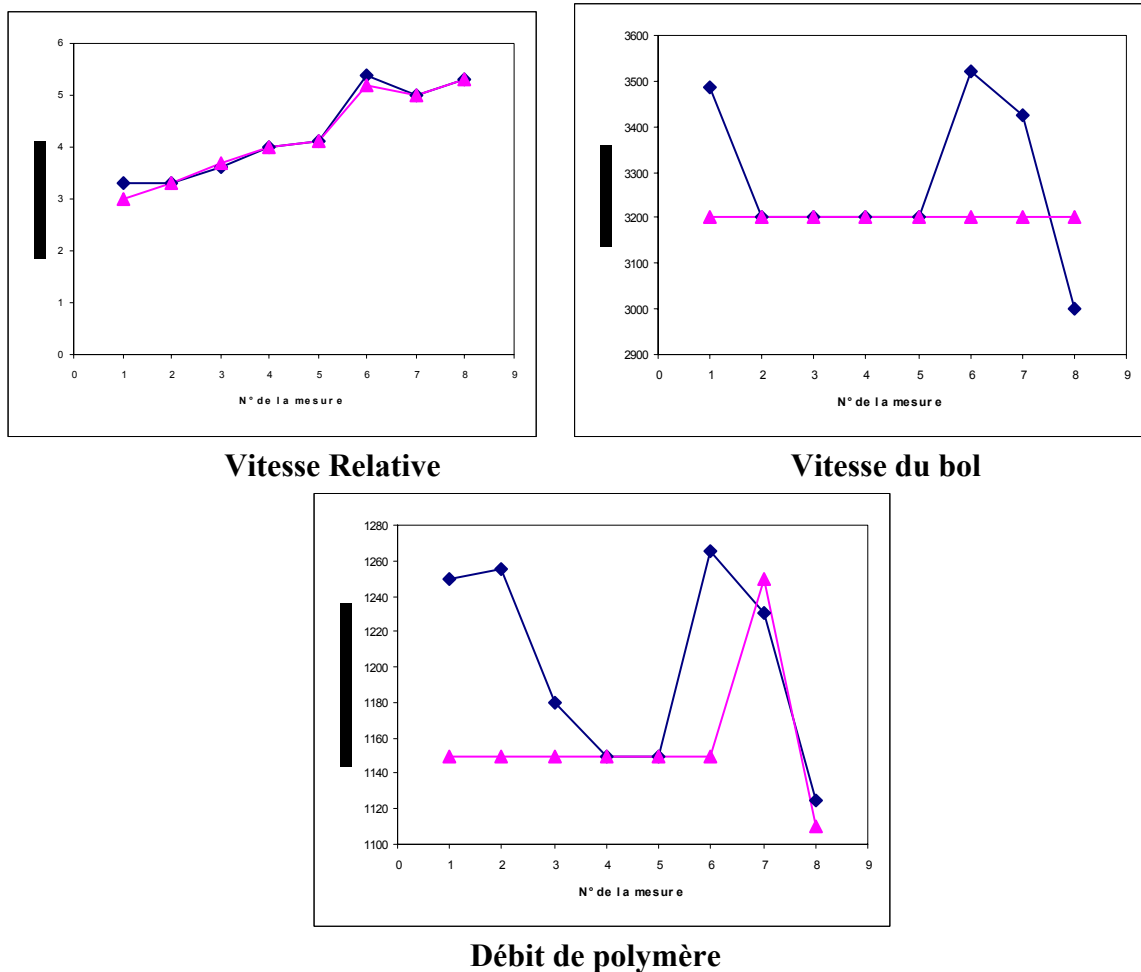


Figure 23 : Comparaison des consignes de l'expert (—) et du logiciel (—).

2.5 Conclusion et discussion

La validation des différentes règles d'action n'a été effectuée que partiellement puisque nous n'avons pas pu explorer les zones de dysfonctionnement de la centrifugeuse. Nous notons que tous les points obtenus ne présentent aucun cas de boues Trop Sèches (TS) ou de centrat Noir (No). La validation du logiciel d'aide à la décision fait ressortir le fait qu'en conduite normale de la centrifugeuse l'expert règle la machine sur un nombre restreint de variables. Notre analyse et le logiciel prennent en compte l'ensemble des réglages possibles, par exemple en sortie du logiciel nous avons l'information concernant l'anneau liquide qui, a priori, ne fait pas partie des variables de réglage que l'expert utilise en ligne.

Le point fort de cette étude est le fait de voir plus clair concernant la conduite de l'opération de déshydratation des boues urbaines. Cette compréhension du procédé vient compléter notre bibliographie afin de mieux se positionner pour l'instrumentation de la centrifugeuse. La courte durée de cette étude, comparée à l'étude bibliographique du procédé, présente un avantage de notre méthode. Nous accordons à cette méthode une grande confiance, puisque ce sont les mots des experts qui sont traduits en fonctions mathématiques, la limite de cette méthode se situe au niveau de la mesure. Il faut « savoir mesurer » avant de « savoir piloter » la machine, ce qui forme une barrière à l'utilisation de notre module en tant que tel. Nous pensons que le « savoir mesurer » peut être remplacé par des instruments de mesure plus fiables et plus répétables que la mesure sensorielle de l'opérateur.

Si en tant que tel le recueil de savoir faire constitue un résultat (notamment grâce à la formalisation obtenue par le logiciel développé), nous voulons insister sur l'apport pour la définition de l'instrumentation. Comme le suggère la Figure 10 établie dans la partie 2 il existe une logique de définition de l'instrumentation grâce au recueil. Ainsi, les observations et déductions des experts mettent en évidence une vision tridimensionnelle de l'opération (Figure 18). La conduite humaine nécessite trois informations : la siccité des boues déshydratées, le taux de MES du centrat et le taux de polymère dans le centrat. Pour apporter une capacité de conduite automatique nous proposons de reconstruire (en terme d'instrument de mesure) ces trois informations dans le chapitre suivant.

Chapitre 2 : Instrumentation

1 Mesure indirecte en temps réel de la siccité des boues

En se référant aux données du recueil d'expertise, nous avons besoin d'une mesure instrumentale pour la siccité des boues qui fait partie de la prise de décision de l'expert. La mesure du couple de convoyage des sédiments est utilisée par l'entreprise Guinard Centrifugation afin de contrôler la qualité des boues déshydratées (annexe 6). Nous proposons dans cette partie l'étude de la corrélation entre le couple et la siccité sur le site d'épuration de Châteauroux.

Nous avons mené un essai à Châteauroux sur plusieurs jours. La corrélation entre le couple mesuré et la valeur de la siccité réelle des boues déshydratées (mesurée au niveau du laboratoire) est présentée dans la Figure 24 . Sur la base des points expérimentaux une relation linéaire est établie.

Pour les faibles valeurs de siccité nous observons un décrochage par rapport aux autres points, ceci est certainement dû à la transition des boues d'un état liquide vers un état solide. En général dans une station d'épuration on vise une siccité supérieure à 15%, en effet en dessous de cette valeur les boues sont liquides et difficilement transportables.

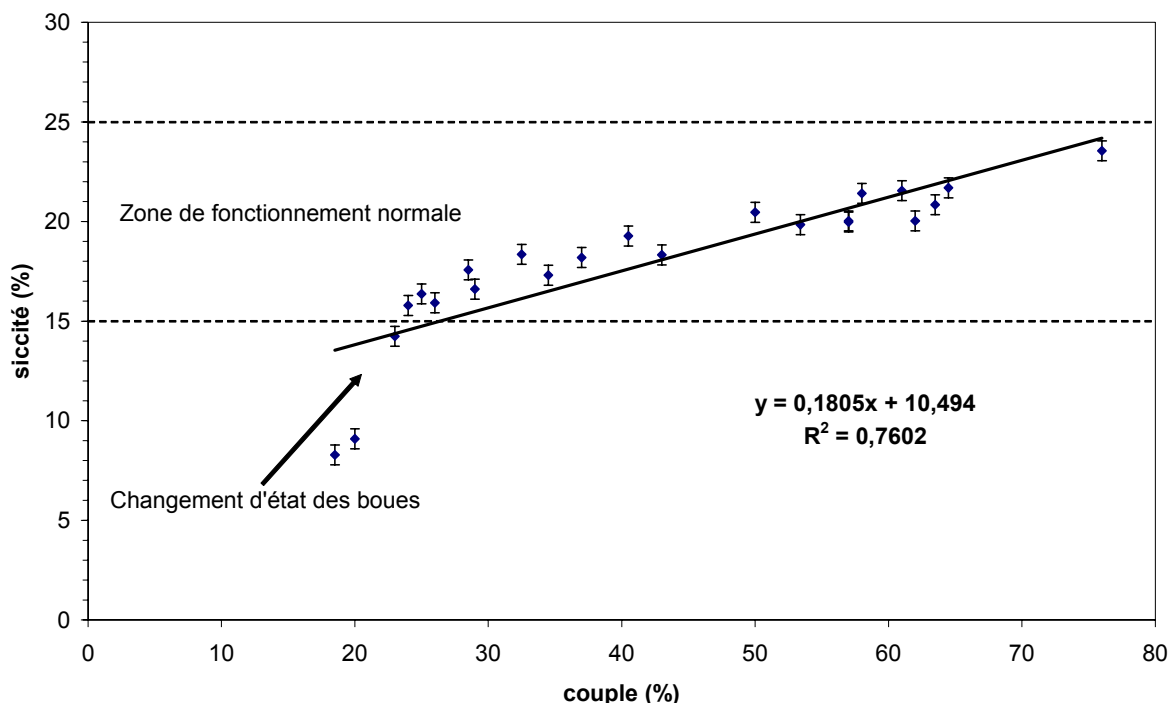


Figure 24 : Relation entre le couple enregistré et la siccité mesurée

A une siccité de 10% les boues sont liquides, entre les valeurs de 10% et 15 % nous notons un changement de l'état des boues qui deviennent solide. Si nous éliminons ces 2 points, qui ne

font pas partie de la zone de fonctionnement étudiée, nous obtenons une corrélation linéaire avec $R^2= 0,88$ (Figure 25).

Malgré la faible pente que présente cette droite ($\approx 0,15$), nous pouvons envisager son utilisation dans une boucle de régulation. L'objectif étant de maintenir une siccité des boues supérieure à 20%. Comme nous l'observons sur la Figure 25 (ligne en gras) cette valeur correspond à une valeur de couple supérieure à 54%.

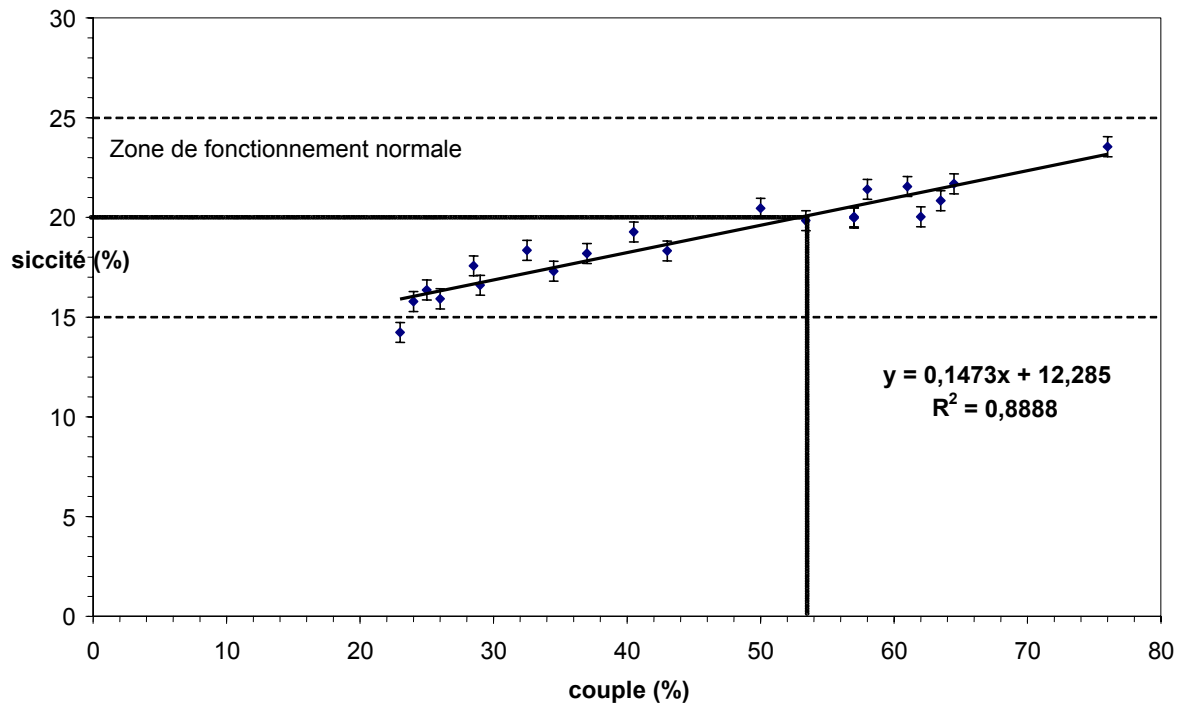


Figure 25 : Relation couple / siccité (en enlevant les points à une siccité inférieure à 10%)

Ce genre de relation a été obtenu à plusieurs reprises par le service d'essai de Guinard Centrifugation, ce qui confirme et consolide notre résultat. Le coefficient de corrélation (R^2) est généralement compris entre 0,8 et 0,9 (donnée Guinard non publiée). Quelle que soit la nature des boues, l'expérience de Guinard Centrifugation montre qu'on peut établir une corrélation linéaire entre la mesure du couple et la siccité des boues déshydratées, la pente de la droite dépend considérablement de la nature des boues traitées et est comprise entre 0,15 et 0,85. Cette relation est utilisée pour la régulation du couple en fonctionnement. Ces boucles de régulations sont actuellement actives sur plusieurs sites de productions et fonctionnement avec des performances satisfaisantes.

2 Potentiel de l'analyse d'image

Le premier constat des résultats du recueil d'expertise est l'utilisation par l'opérateur de ses sens pour la mesure de la concentration du centrat. Le sens utilisé étant en priorité la vision, nous proposons dans ce qui suit l'étude de la corrélation entre le niveau de gris de centrat et sa concentration réelle. Le but de l'analyse d'image est de fournir une description quantitative de l'image ou une reconnaissance de forme.

Nous présenterons dans ce qui suit le matériel utilisé lors de ces tests et nous discuterons les résultats obtenus sur trois centrats différents.

2.1 Matériels et méthodes

2.1.1 Etude du principe

Une scène (image réelle) va être transformée en une image numérique grâce à une caméra. Cette image numérique est constituée de pixels contenant chacun différentes informations (intensité lumineuse, couleur ...). L'intensité lumineuse de chaque pixel est codée sur 6 bits, avec une échelle de gris allant de 0 à 63, soit 64 niveaux. Le niveau de gris de l'image est la densité totale intégrée, qui est la moyenne des densités de tous les pixels correspondant à l'élément de l'image étudié. Nous allons considérer dans notre étude que la valeur 100 correspond à la couleur blanche et la valeur 0 correspond à la couleur noire.

2.1.2 Installation au laboratoire

Les différents composants de notre banc d'essai sont :

- Caméra : Nous utilisons une caméra vidéo CCD couleur RGB (Sony® modèle XC-711P) munie d'un objectif macroscopique. Sa résolution est de 768 x 512 pixels et 16,7 millions de couleurs ce qui donne une image codée sur 24 bits. Cette image sera traduite sur l'ordinateur en noir et blanc et sera codée sur 6 bits.
- Eclairage : Nous utilisons une table d'éclairage au néon.
- Bêcher : Nous utilisons un cristalliseur de diamètre interne 76,5 mm et de hauteur 25 mm. La connaissance des dimensions du cristalliseur nous permet de remonter à la correspondance volume / hauteur du liquide lors de l'échantillonnage.
- Caisson obscur : c'est une boîte en bois de dimension 680x425x550 mm munie d'une porte à ouverture extérieure.

- Logiciel de traitement d'image : Nous effectuons l'acquisition de l'image en noir et blanc sur 6 bits. Une zone loin du bord (pour éliminer les effets de réflexion de la lumière) est sélectionnée pour l'analyse. Chaque pixel se verra attribuer une valeur numérique, de 0 pour les pixels noir et de 100 pour un pixel blanc. Le niveau de gris sera la moyenne obtenue sur tous les pixels de l'image.
- Pompe péristaltique : permettant d'injecter une quantité bien déterminée de centrat dans le cristalliseur. Des quantités différentes seront testées.

La Figure 26 présente notre banc d'essai.

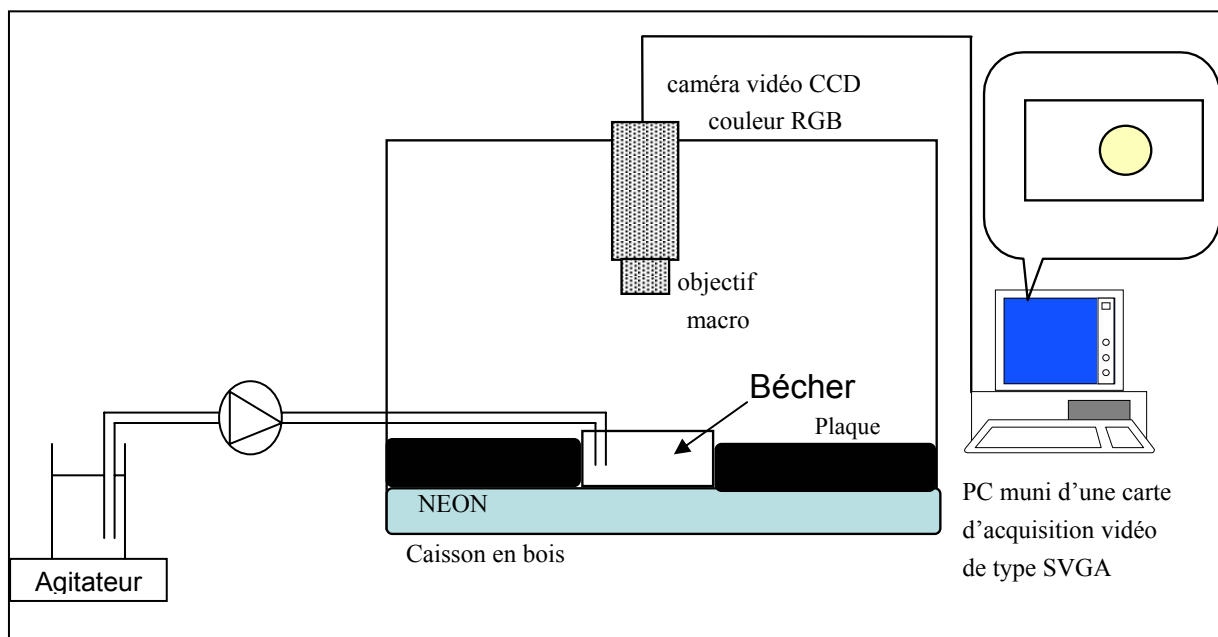


Figure 26 : Schéma du banc d'essai de l'analyse d'image

Ce type d'appareil ne sera testé qu'au laboratoire, vu que sa mise en œuvre sur un site de production est très contraignante surtout du point de vue de l'échantillonnage.

2.2 Résultats et discussions

2.2.1 Tests du Centrat de Noisy le Grand

Nous avons récupéré sur le site de Noisy le Grand 5 échantillons de concentrations respectives 0,2 ; 0,3 ; 0,8 ; 1,23 et 1,6 g.L⁻¹. Le volume injecté dans le bēcher est de 80 mL.

La Figure 27 présente le résultat obtenu avec ce centrat.

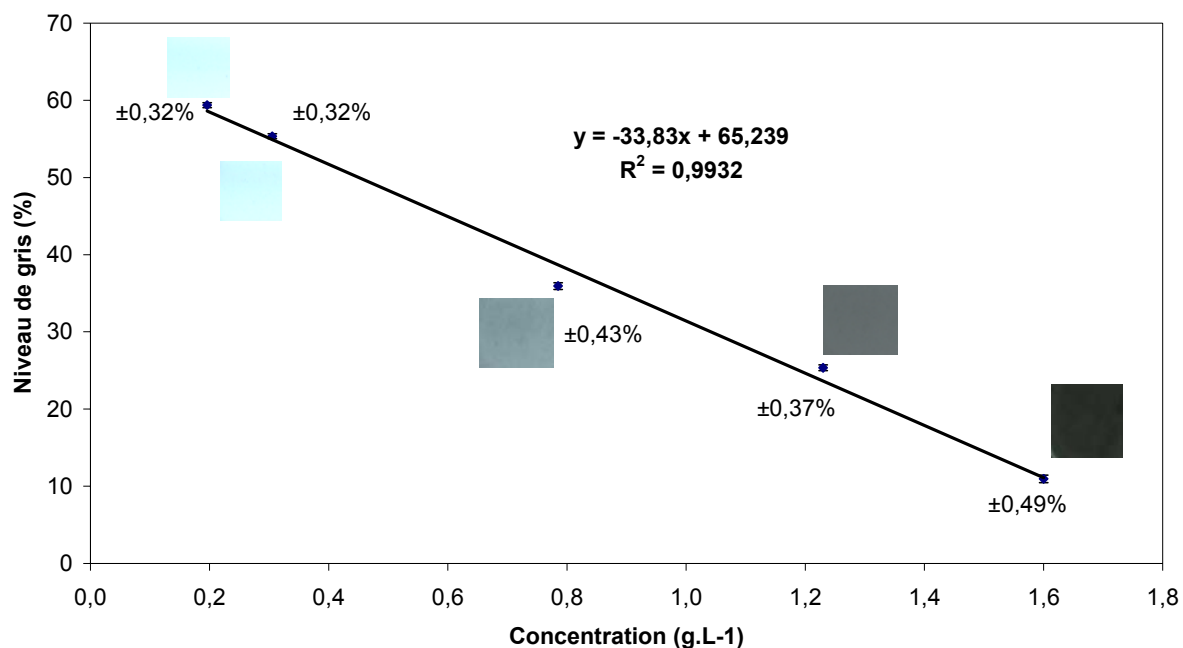


Figure 27 : Résultat analyse d'image du centrat de Noisy le Grand.

Nous avons présenté sur la Figure 27 les barres d'erreur correspondant à chaque mesure, une mesure a fait l'objet de 10 répétitions (enregistrement et analyse de l'image). L'erreur est calculée à partir de l'écart type entre les 10 valeurs enregistrées, ici nous avons pris un intervalle de $\pm 2\sigma$ ce qui fait une erreur relative de 5%, nous avons jugé que c'est suffisant dans le cadre de l'étude puisque ces erreurs sont avérées négligeables (valeur portée sur la Figure 27). La corrélation linéaire obtenue prouve la faisabilité de la mesure de la concentration du centrat par analyse d'image, nous avons ainsi décidé de conduire des essais au laboratoire sur d'autres types de centrat provenant de sites différents.

2.2.2 Test du centrat de Valenton

Nous avons récupéré sur le site de Valenton 5 échantillons de concentrations respectives : 0,9 ; 1,2 ; 1,5 ; 1,7 et 1,9 g.L⁻¹. Le volume injecté dans le bêcher est de 80 mL. La Figure 28 présente la courbe résultante de cet essai. Nous remarquons que les barres d'erreur sont plus importantes que dans le cas précédent, en effet nous avons observé au cours des essais qu'en remplissant le bêcher le centrat ne se répartit pas de façon uniforme. Ceci est dû essentiellement à la structure initiale du centrat de Valenton qui est granuleux présentant des grosses particules dispersées dans le liquide.

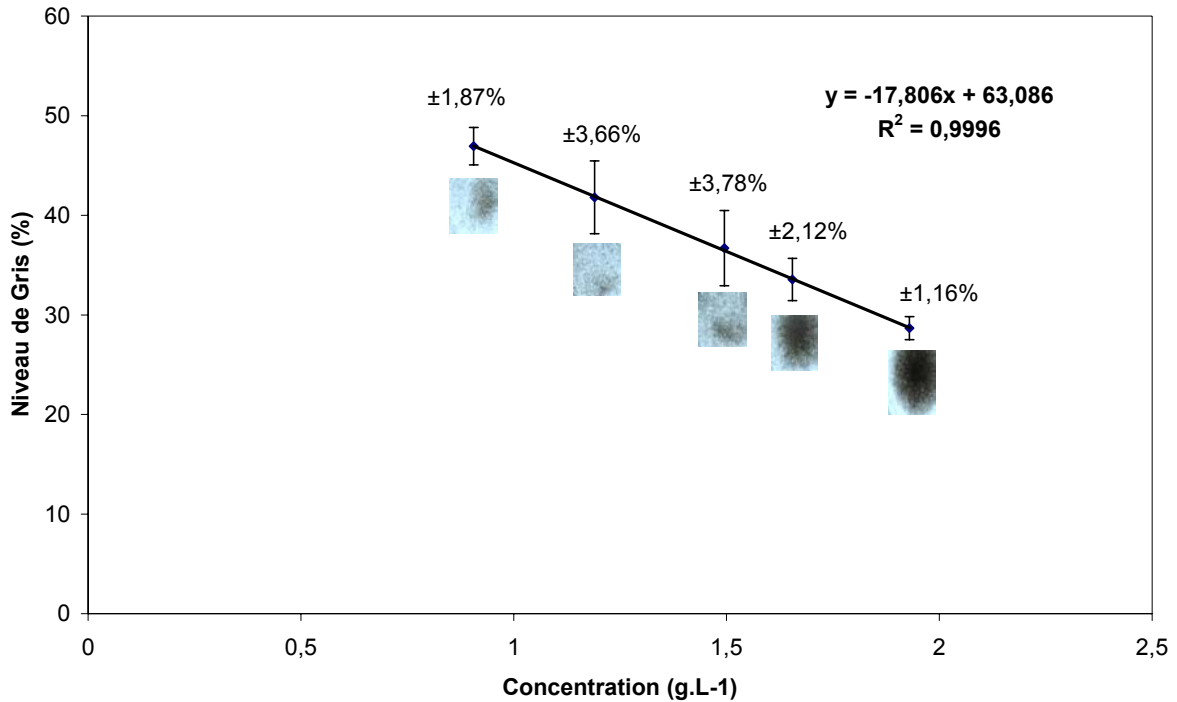


Figure 28 : Résultat analyse d'image du centrat de Valenton

Nous observons que le résultat est en adéquation avec celui obtenu sur le centrat de Noisy le Grand avec une pente plus faible. L'écart type entre les 10 répétitions obtenu ici est dix fois supérieur à celui obtenu avec le centrat de Noisy le Grand, ceci pourra s'expliquer par le fait que le centrat de Valenton est moins dense. Ceci pose la question de la possibilité d'analyser la texture du centrat avec ce banc d'essai. Malheureusement, nous n'avons pas eu le temps d'effectuer une telle étude dans le cadre de notre thèse

Les résultats encourageants sur ces deux centrats nous ont poussés à effectuer des tests avec un centrat plus sombre (presque de couleur noire) qui provient du site d'Achères.

2.2.3 Test du centrat d'Achères

Ce centrat comme indiqué plus haut présente la particularité d'avoir une couleur noire, il provient d'un traitement chimique des effluents majoritairement industriels. Nous avons récupéré quatre échantillons de concentrations respectives : 0,9 ; 1,1 ; 1,3 et 2,2 g.L⁻¹. Le premier essai à 80 mL a montré une très faible sensibilité de la mesure (Figure 29). Nous avons décidé de faire des essais à 40 et 20 mL. La Figure 29 présente les courbes et les images obtenues au cours de ces 3 essais.

Les courbes obtenues pour Valenton et Noisy présentait une bonne corrélation linéaire, celles des essais d'Achères ne sont pas linéaires. Ceci prouve qu'il existe autre chose que les MES qui absorbe l'énergie à forte concentration.

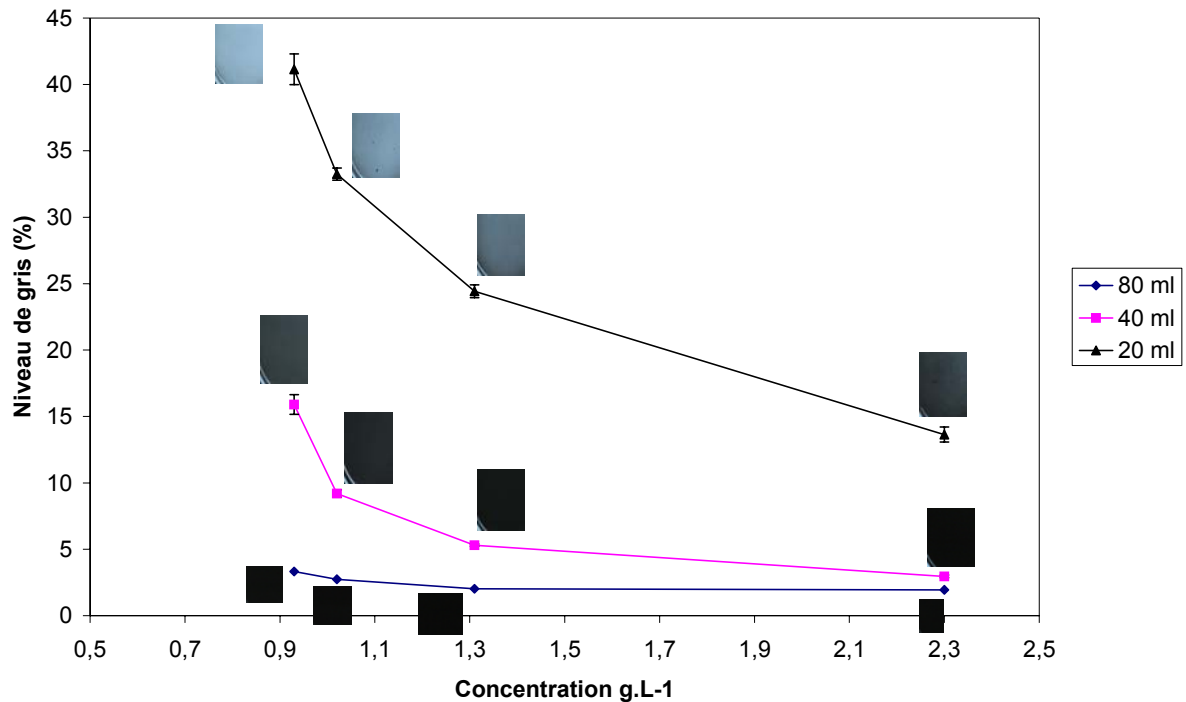


Figure 29 : Résultat analyse d'image du centrat d'Achères.

Ceci pose clairement la question du volume injecté dans le bûcher (Figure 26). Plus le volume est grand plus l'image devient sombre et donc le niveau de gris baisse, ce qui présente une limite de l'étude de la corrélation entre le niveau de gris et la concentration du centrat.

2.2.4 Conclusion de l'analyse d'image

Nous observons qu'il existe effectivement une relation entre la concentration en MES du centrat et une mesure par caméra exprimée en niveau de gris. Un étalonnage est indispensable pour adapter le système d'un site à l'autre, car les origines des centrats apparaissent différencier la mesure. La mesure dépend aussi du volume injecté dans le bûcher (loi de Beer). Les experts affirment de leur côté qu'ils rencontrent beaucoup de problèmes pour régler le fonctionnement de la machine sur le site d'Achères dont le comportement apparaît effectivement particulier tenant compte de la couleur noire du centrat (cette couleur est aussi observée pour des centrats contenant très peu de MES). Ceci prouve que l'étude doit être faite au cas par cas.

La difficulté de mise en œuvre d'une telle mesure sur une ligne de production, surtout en ce qui concerne le volume injecté dans le bûcher, nous a contraint à arrêter l'étude de l'analyse d'image au niveau laboratoire. Nous avons, en outre, décidé de tester des principes similaires à l'analyse d'image présents sur le marché.

3 Tests des capteurs existants sur le marché

3.1 Capteur Positrol O

Suite aux essais encourageant de l'analyse d'image nous avons cherché sur le marché des capteurs capables de mesurer le niveau de gris en ligne. La société SNF Floerger, leader mondial de la production du polymère, propose un skid de mesure équipé d'une caméra. Ce système a été déjà testé par la société SNF qui affirme obtenir des bons résultats pour la mesure du niveau de gris du centrat. Nous proposons de tester la faisabilité de la mesure et la robustesse du système sur le site de Châteauroux.

3.1.1 principe

Le principe du capteur nous est inconnu. Nous savons que le skid de mesure contient une caméra et un convertisseur associé capable de donner une valeur en 4-20 mA qui reflète la teinte du centrat entre le blanc et le noir. La mesure s'effectue sans contact sur un écoulement libre du centrat.

3.1.2 Installation du capteur

Le centrat est prélevé juste après sa sortie du pot de dégazage de la centrifugeuse. Il est ensuite pompé vers une colonne de dégazage propre au capteur Positrol O. La mesure s'effectue à la sortie de la colonne équipée par une buse circulaire de \varnothing 1 cm. Une cellule ultrason est installée après la buse d'injection pour le contrôle en ligne de l'écoulement, si le centrat ne s'écoule plus (encrassement, arrêt de la machine ... etc) le capteur se met en défaut et arrête la mesure. Ce système est équipé d'une boucle de régulation qui agit sur la dose de polymère, dans le cadre de nos essais nous n'avons pas utilisé cette régulation. La Figure 30 présente un schéma simple de l'installation du skid de mesure.

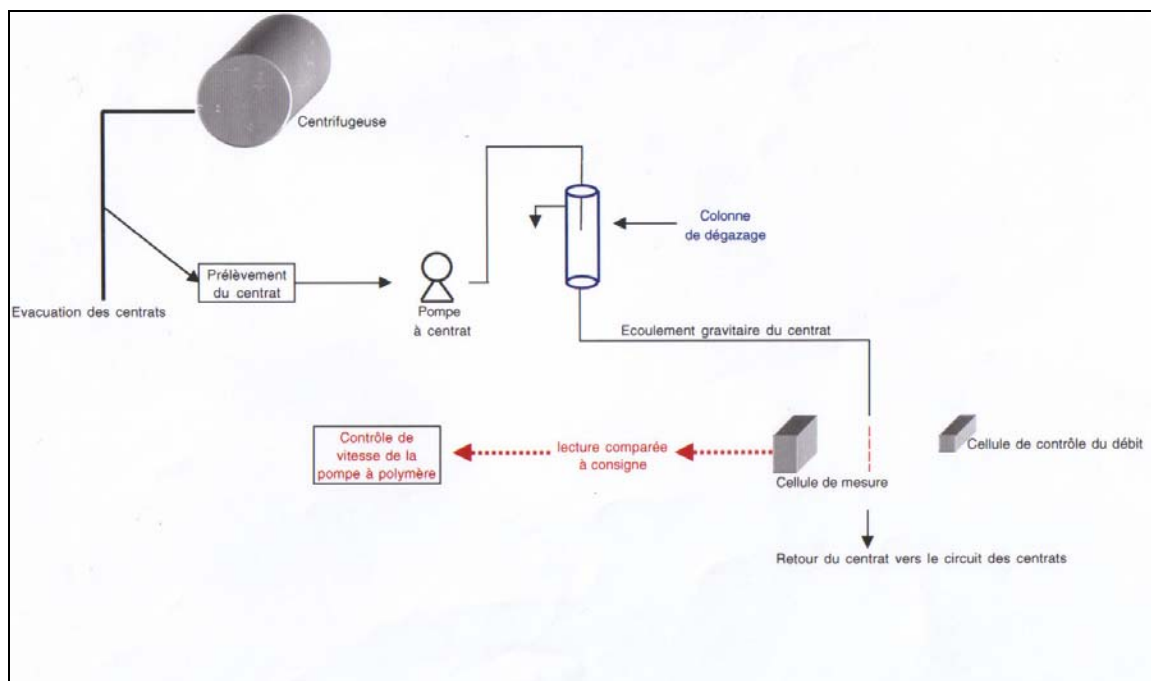


Figure 30 : Installation en ligne du Positrol O

3.1.3 Résultats des tests du Positrol O

Nous avons obtenus 25 points répartis sur trois jours de test. La Figure 31 présente le signal enregistré en fonction de la concentration réelle du centrat.

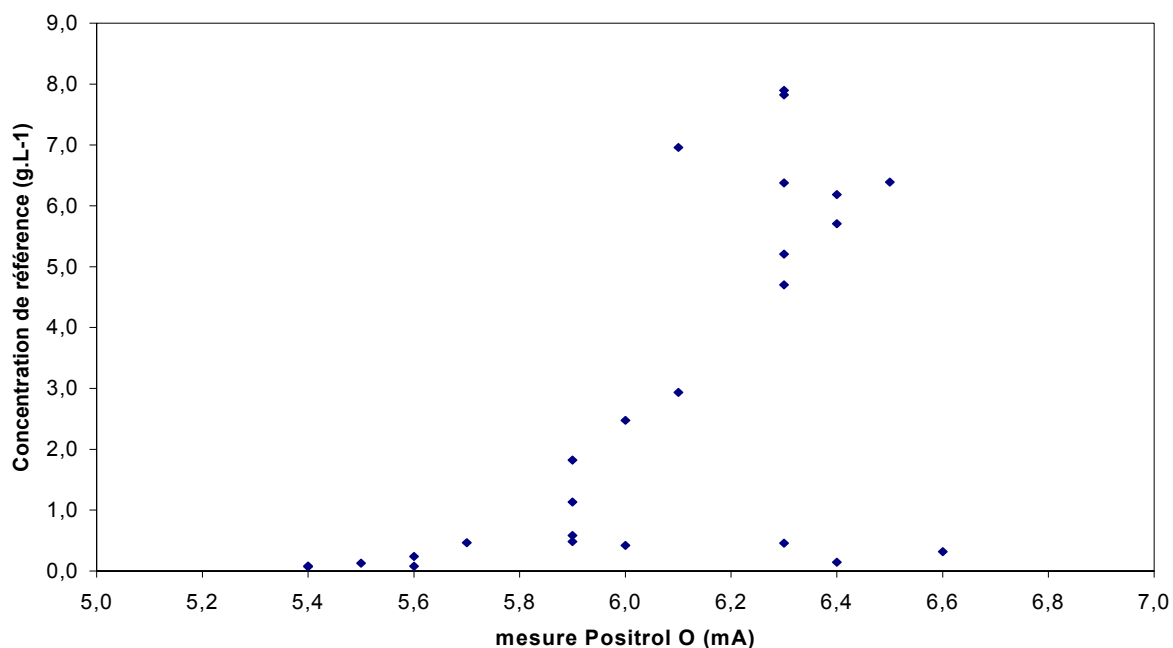


Figure 31 : Relation entre la mesure de référence et la mesure du capteur Positrol O

Il est difficile dans notre cas de discuter un tel résultat puisque le principe de mesure nous est inconnu. En effet, nous avons cherché une explication à cette dispersion, mais le constructeur

n'a pas pu nous fournir plus de renseignements sur la sonde de mesure. Le point fort à retenir de cet essai est la possibilité d'effectuer une mesure sur jet libre de centré, une idée que nous avons développée plus tard dans la conception d'un capteur de mesure par spectrophotométrie.

3.2 Le Turbiscan On line

3.2.1 Principe du Turbiscan On Line

La transmission et la rétrodiffusion de la lumière se définissent comme suit (Mengual, Meunier *et al.*, 1999a; Mengual, Meunier *et al.*, 1999b; Bordes, Snabre *et al.*, 2003) :

- Transmission : quantité de photons transmise à travers un liquide.
- Rétrodiffusion : quantité de photons réfléchi par un liquide.

La sonde optique est constituée par une source de lumière proche infrarouge de longueur d'onde 850 nm et deux photodétecteurs synchrones :

- Le détecteur de la transmission mesure la lumière transmise à travers le produit.
- Le détecteur de rétrodiffusion reçoit les ondes réfléchies par le produit.

Les flux de transmission (T) et de rétrodiffusion (BS) mesurés par les capteurs dépendent de la trajectoire moyenne des photons dans la dispersion. Afin de mieux comprendre ce phénomène nous avons présenté dans la Figure 32 le signal enregistré à différentes hauteurs d'un tube à essais contenant une solution claire en haut et une solution plus concentrée en bas.

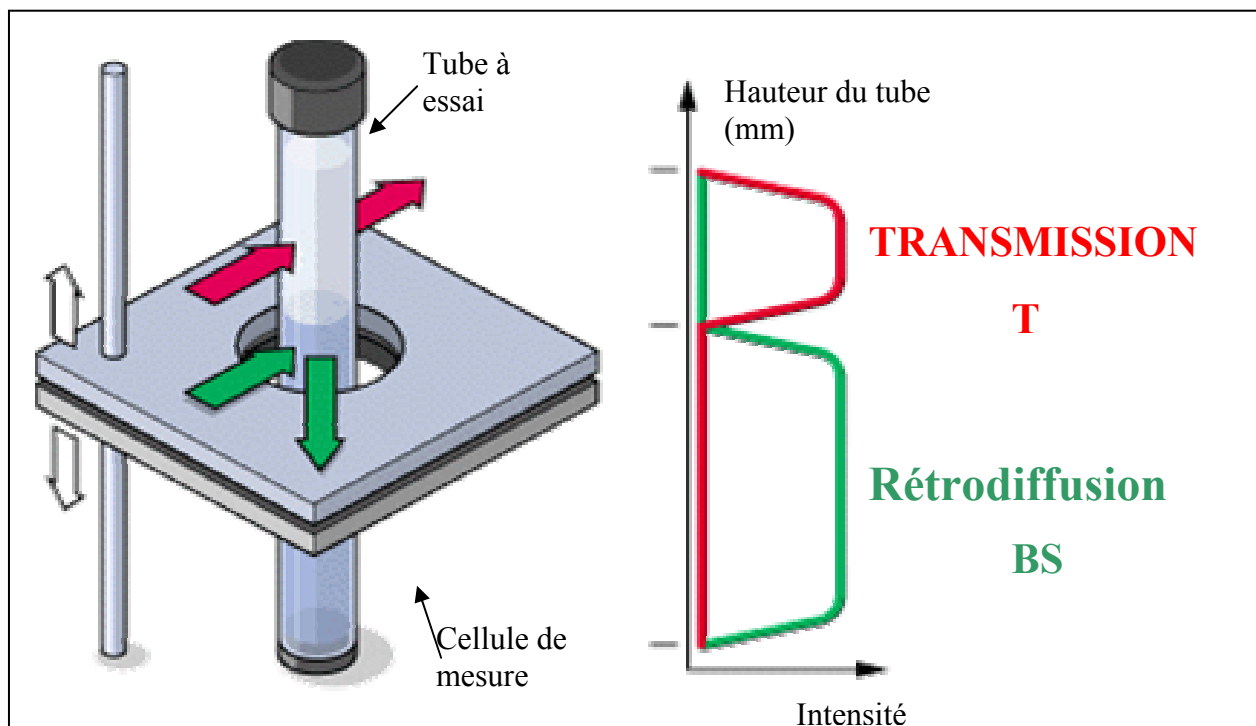


Figure 32 : Principe de la mesure de la transmission et de la rétrodiffusion

La mesure effectuée permet la quantification des processus physiques impliqués : La rétrodiffusion (BS) et la transmission (T). Les flux de la lumière mesurés par les sondes optiques sont reliés à la longueur de la trajectoire moyenne des photons dans la dispersion : λ (pour la transmission) et λ^* (pour la rétrodiffusion).

Ces paramètres physiques absolus dépendent du diamètre de la particule (d_p), de la fraction volumique (Φ), du coefficient de l'efficacité de la dispersion Q_s et du coefficient d'asymétrie g_a (Bordes, Snabre *et al.*, 2003).

$$\lambda = \frac{2d_p}{3\Phi Q_s} \text{ (m)} \text{ et } \lambda^* = \frac{2d_p}{3\Phi(1-g_a)Q_s} \text{ (m)}$$

En notant respectivement le rayon interne et la hauteur de la cellule de mesure r_i et dh , nous calculons les valeurs de la transmission et de la rétrodiffusion suivant les formules :

$$T = \exp\left(-\frac{r_i}{\lambda}\right) \text{ (\%)} \text{ et } BS = \sqrt{\left(\frac{dh}{\lambda^*}\right)} \text{ (\%)}$$

Spécialement conçu pour les analyses au laboratoire, sur pilote ou sur une ligne de production, le Turbiscan On Line permet des mesures sur les émulsions et les suspensions de :

- 0 à 60% v/v en fraction volumique (ou en concentration).
- 0,1 μm à 5 mm de taille pour les particules.

Ce qui rend ce capteur intéressant, a priori, dans notre étude pour la mesure en ligne de la concentration en MES du centrat.

3.2.2 Installation au laboratoire

La sonde optique permet de mesurer la transmission et la rétrodiffusion toutes les 0,1 s. Le signal est traité dans un premier temps par le Turbiscan et est converti par le transmetteur en tension. Ensuite, à l'aide de la carte d'acquisition décrite précédemment, l'acquisition en ligne des deux signaux est réalisée. Cet appareil est adaptable en ligne selon le schéma de la Figure 33.

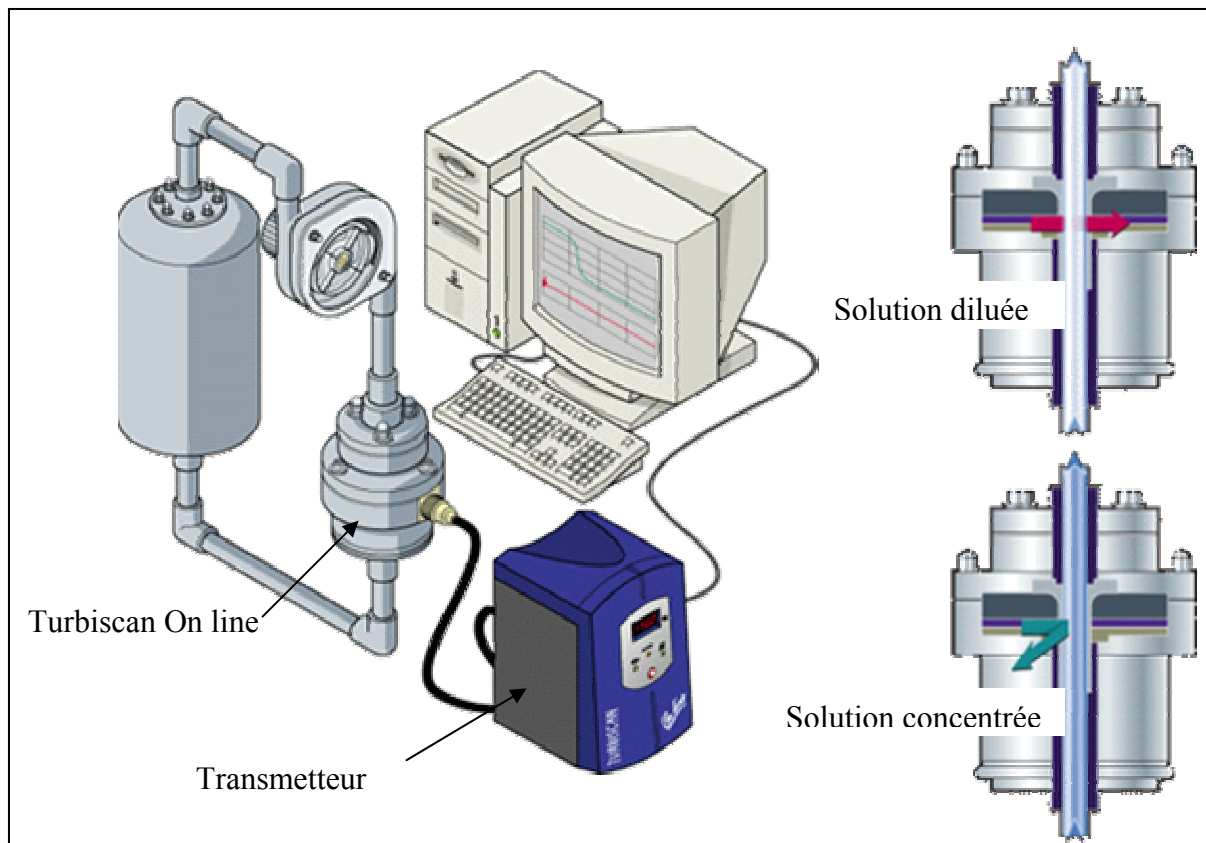


Figure 33 : Installation type du turbiscan on line

3.2.3 Résultats et discussions

3.2.3.1 Etude au laboratoire

Le Turbiscan On Line est un produit récent sur le marché des capteurs, aucun test n'a été effectué auparavant sur les produits de station d'épuration. C'est pour cette raison que nous proposons une étude détaillée de ce capteur au niveau du laboratoire.

Nous avons commencé par une série d'essai au laboratoire avec un dispositif simple composé d'une cuve agitée, une pompe péristaltique et le Turbiscan On Line (Figure 34). La circulation du liquide s'effectue en boucle, le passage du fluide à travers le Turbiscan s'effectue du bas en haut selon les consignes du fournisseur. Ces premiers essais visent à déterminer la sensibilité de l'appareil de mesure face à des liquides de concentrations croissantes.

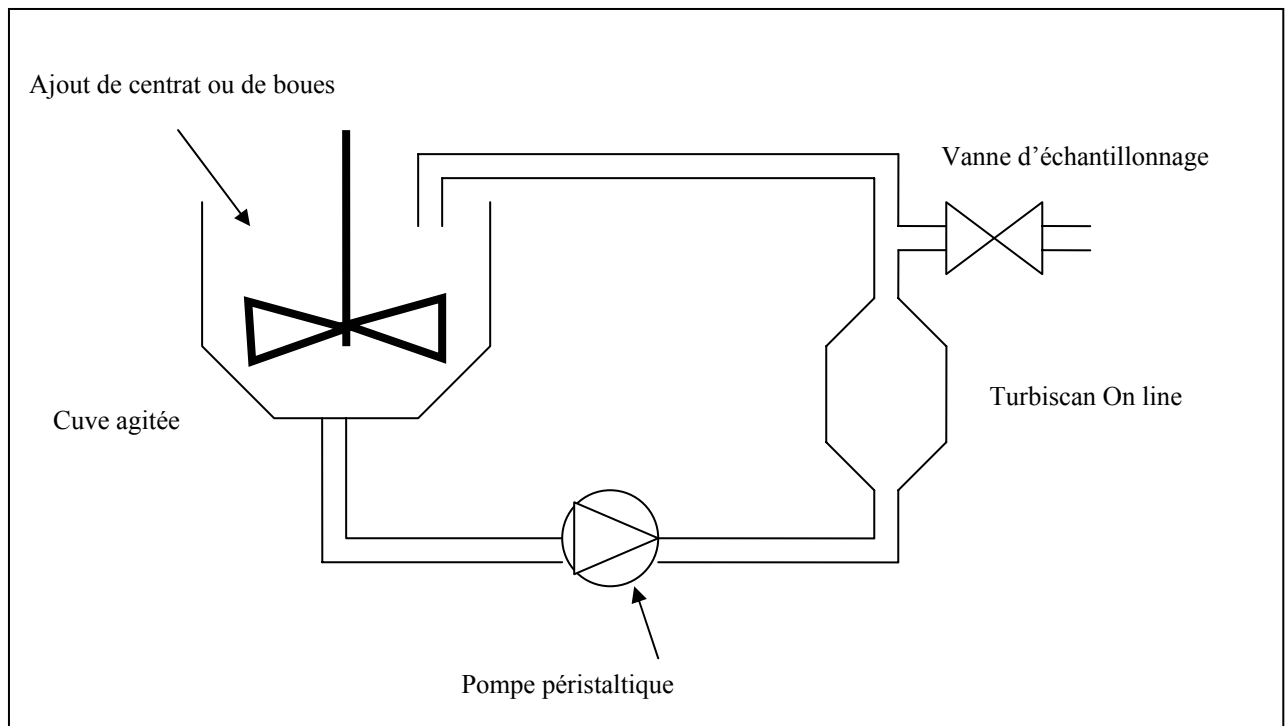


Figure 34 : Dispositif expérimental au laboratoire pour les essais du turbiscan

Pour les besoins des essais nous avons défini deux protocoles :

- Protocole de concentration et de dilution du liquide : Nous avons récupéré 50L de concentrat de Noisy le Grand de concentration $0,2 \text{ g.L}^{-1}$ et un seau de 20L rempli de boues déshydratées. Les concentrats de concentration différentes sont obtenus en diluant le concentrat initial avec de l'eau de ville ou en le concentrant par l'ajout des boues déshydratées. La gamme de concentration visée se situe entre 0 et 10 g.L^{-1} afin de couvrir tous les cas possibles sur une station d'épuration.
- Protocole d'échantillonnage : La vanne d'échantillonnage est située juste après la sortie du Turbiscan, on considère donc qu'il n'y a pas de retard entre le signal enregistré et l'échantillon récupéré. A chaque fois que nous prenons un échantillon nous enregistrons les valeurs de la transmission et de la rétrodiffusion de la lumière correspondante.

Le Turbiscan On Line est un appareil récent qui n'était jamais testé auparavant sur des fluides issus de station d'épuration. Nous proposons dans l'étude au laboratoire suivante d'évaluer les tendances des enregistrements avec des concentrats de concentrations différentes.

3.2.3.1.1 Enregistrement de la Transmission

L'objectif de cet essai est de suivre la réponse de l'appareil lors de l'augmentation de la concentration d'un fluide en circulation. Nous avons commencé la mesure avec de l'eau de

ville au quelle on a ajouté progressivement du centrat (de concentration initiale de 2g.L^{-1}). La concentration du milieu n'a pas dépassé 1g.L^{-1} , dans ces conditions nous enregistrons la transmission de la lumière.

La Figure 35 présente la courbe de transmission obtenue lors de cet essai, les différents ajouts sont signalés par une flèche.

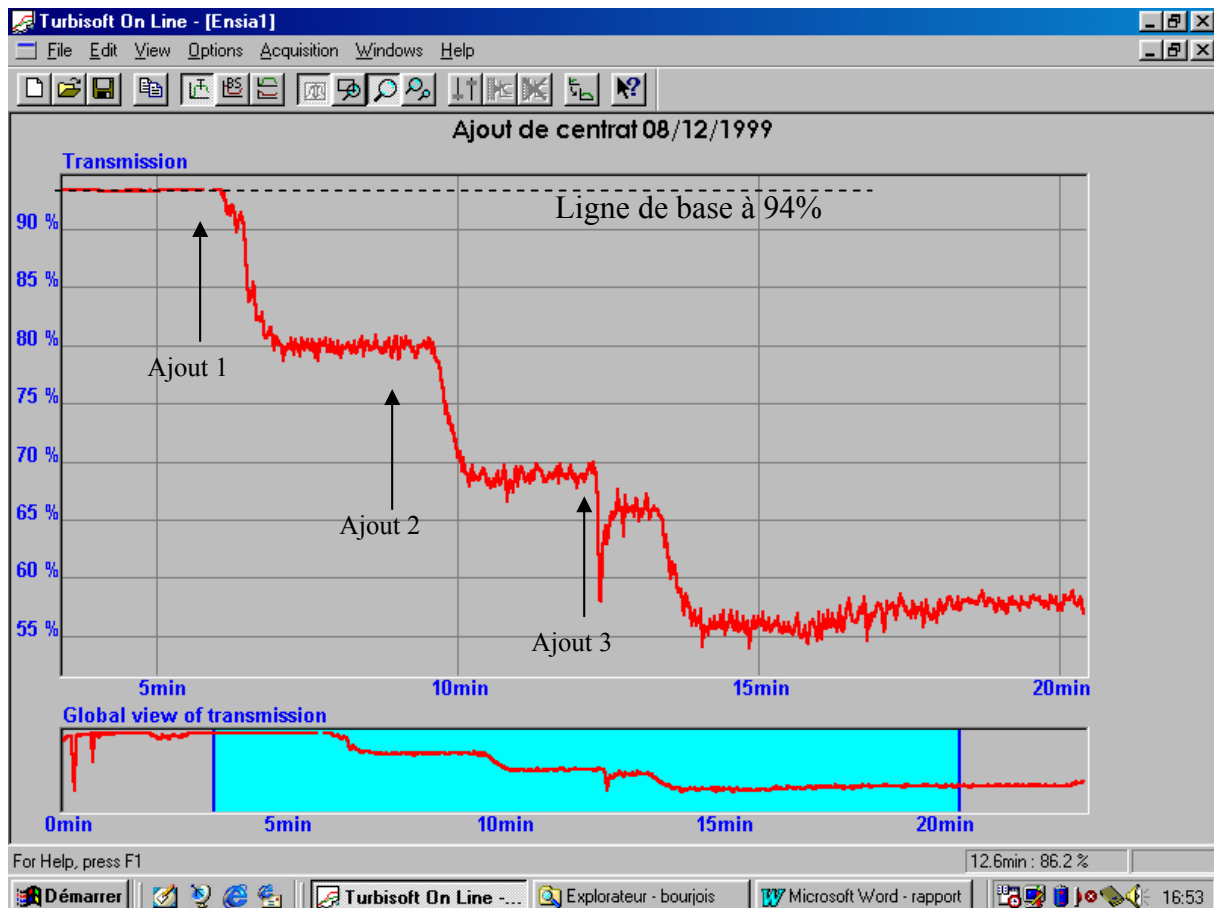


Figure 35 : Evolution du signal de transmission pour des concentrations croissantes de centrat lors des essais du Turbiscan au laboratoire

La tendance de l'enregistrement est logique, plus le milieu est concentré moins nous avons de la transmission de lumière. Après l'ajout 3 nous avons remarqué un décrochage instantané du signal, ceci est certainement dû au passage de quelques grosses particules ou des bulles d'air (malgré l'agitation le centrat est loin d'être uniforme en composition).

Afin de mieux caractériser les phénomènes mis en jeu, nous avons mesuré à chaque fois la concentration du centrat au laboratoire (cf. annexe 9). Nous traçons la relation du signal de l'appareil en fonction de la concentration laboratoire du centrat. La Figure 36 présente le résultat obtenu.

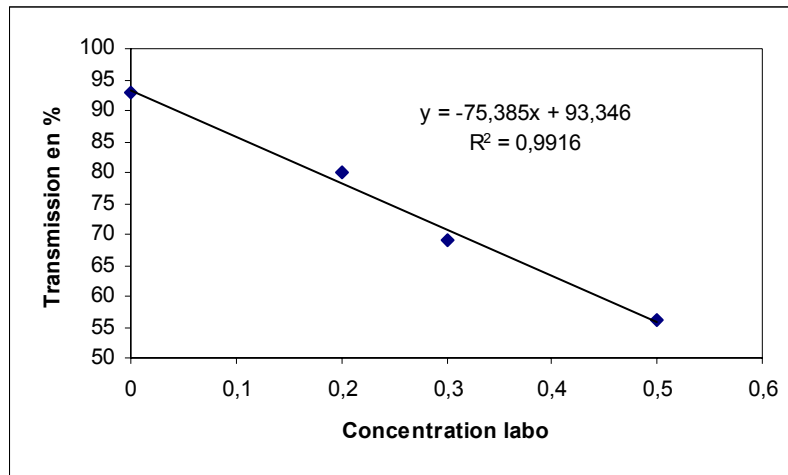


Figure 36 : Corrélation Transmission / Concentration obtenue au cours des essais préliminaires

La corrélation obtenue est très bonne ($R^2=0,99$) pour la gamme de concentration testée (entre 0 et $0,5 \text{ g.L}^{-1}$), mais elle reste indicative puisque nous n'avons pas effectué de répétitions.

L'étape suivante consiste à faire des essais en rétrodiffusion. Tant que la transmission n'est pas nulle, la valeur lue de la rétrodiffusion n'est pas correcte puisqu'elle correspond uniquement au reflet de l'onde sur le verre de la mesure (réflexion secondaire).

3.2.3.1.2 Enregistrement de la rétrodiffusion

Pour que le signal de rétrodiffusion ait un sens il fallait augmenter considérablement la concentration du milieu, la gamme de concentration étudiée dans notre cas est entre 0 et 10 g.L^{-1} . Pour arriver à des concentration élevée nous avons rajouté au dernier liquide utilisé une quantité de 250 g de boues déshydratées, suivie d'un deuxième ajout de 250 g. Le graphe de la Figure 37 donne l'évolution des niveaux de transmission et de rétrodiffusion au cours de ce test.

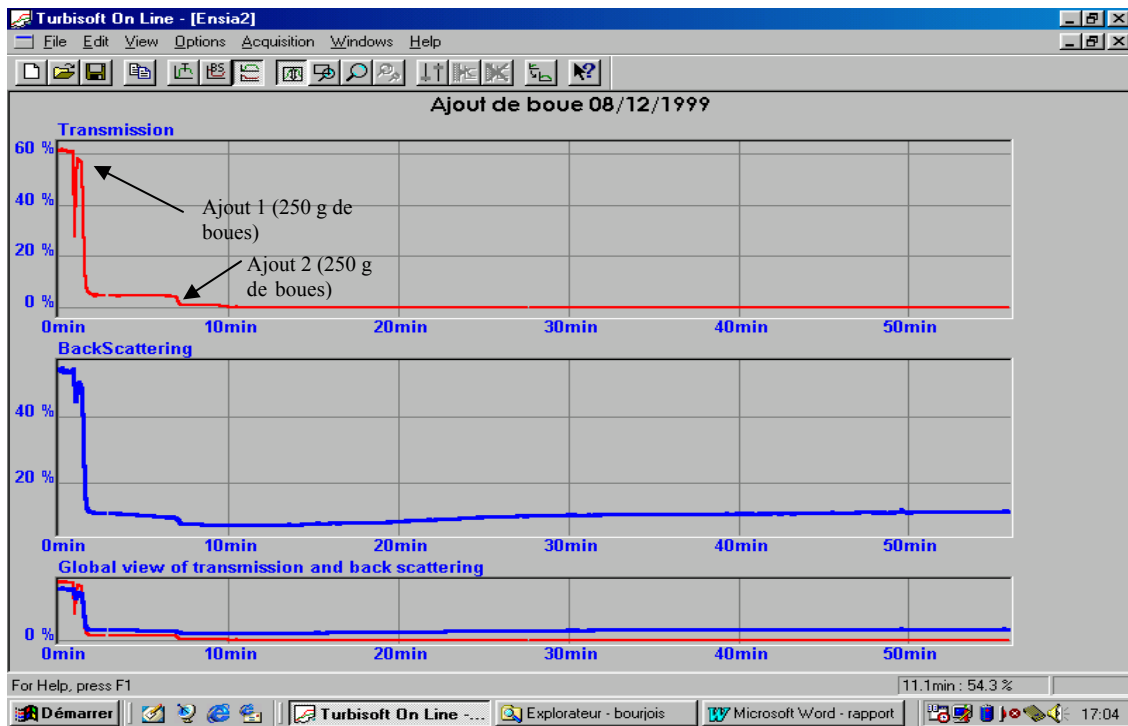


Figure 37 : Evolution du signal de transmission et de rétrodiffusion lors des essais préliminaires du Turbiscan au laboratoire

Lors du premier ajout de boue, le signal de transmission diminue fortement, ce qui est logique puisque cette diminution correspond à l'augmentation de la concentration du fluide. Le signal de transmission se stabilise ensuite à 5,8%. Nous observons également une chute du signal de rétrodiffusion correspondant aux réflexions secondaires (signal réfléchi sur la deuxième paroi de la cellule de mesure).

Le deuxième ajout de boue fait à nouveau chuter le signal de transmission jusqu'à atteindre une valeur nulle. A partir de ce moment l'enregistrement de la rétrodiffusion devient significatif puisqu'il représente la réflexion sur le liquide et non sur la paroi du tube.

La variation de concentration du milieu est alors suivie en rétrodiffusion. La Figure 38 présente l'évolution du signal de rétrodiffusion au cours de test d'ajout de boues, l'objectif étant d'avoir un milieu de plus en plus concentré en MES.

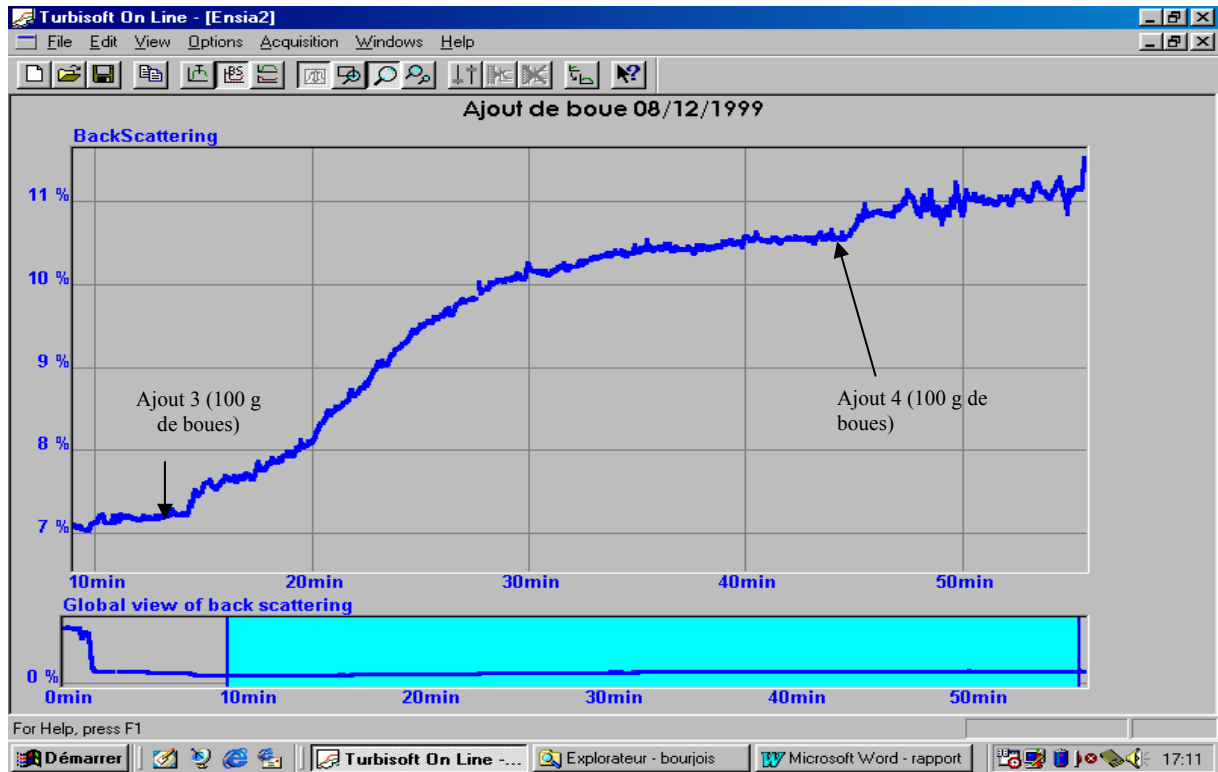


Figure 38 : Évolution de la rétrodiffusion au cours de l'essai au laboratoire

Nous remarquons qu'après l'ajout 3 le signal augmente, il existe une rupture de pente après 30 minutes de l'ajout et le signal commence à se stabiliser, ceci est dû essentiellement au problème de dilution des boues dans le liquide. Malheureusement, nous n'avons pas pu déterminer les concentrations au laboratoire des différents échantillons vu le colmatage très rapide des filtres et la non disponibilité de la centrifugeuse laboratoire. Nous estimons que nous étions à l'ajout 4 entre 10 et 15 g.L⁻¹ (concentration très élevée). La tendance de l'évolution du signal de rétrodiffusion est logique, ce qui est encourageant pour suivre l'évolution de la concentration en MES du centrat en temps réel.

3.2.3.1.3 Vérification de l'encrassement de la cellule

L'objectif de cet essai était de savoir si l'appareil est capable de revenir au niveau de transmission initiale si nous remplaçons le centrat par de l'eau de ville, ainsi nous pouvons estimer l'influence de l'état d'encrassement de la cellule. Nous avons effectué ceci en plusieurs étapes, en rajoutant de l'eau de ville au produit final de l'essai précédent jusqu'à dilution totale des particules, et ensuite nous avons purgé la cuve et remplacé le centrat par de l'eau de ville.

La Figure 39 présente l'évolution de la courbe de transmission obtenue au cours de cet essai. Après six minutes de circulation, la mesure a pu revenir à sa ligne de base (94% de

transmission qui correspond à la valeur pour l'eau de ville) ce qui prouve que la cellule ne s'est pas encrassée.

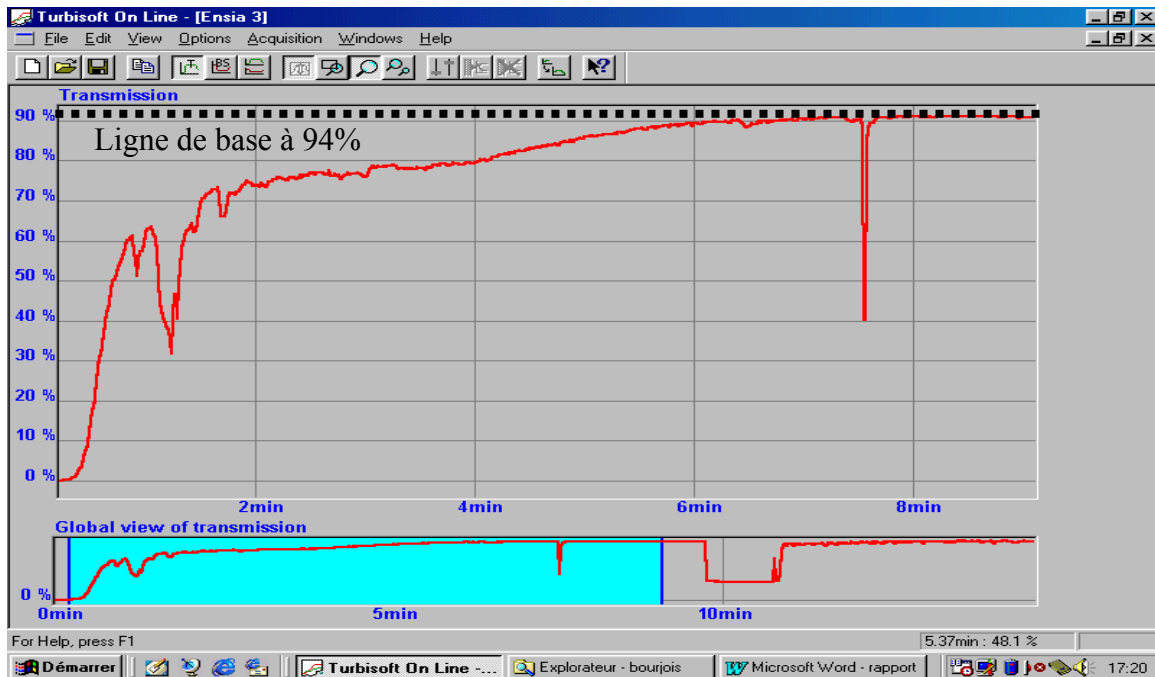


Figure 39 : Essai de vérification de l'encrassement de la cellule du Turbiscan

Vers la fin de l'essai (entre 7 et 8 minutes) nous avons remarqué un décrochage instantané de la transmission, ceci est certainement dû à des particules résiduelles dans le fond de la cuve, ou à des bulles d'air. Ce genre d'appareil considère les bulles d'air comme des particules, ce qui est à prendre en compte lors des prochaines séries d'essai.

3.2.3.1.4 Conclusion

Ces trois séries de tests ont permis de caractériser de façon macroscopique le fonctionnement de l'appareil. Les tendances sont bonnes ce qui rend possible le suivi de l'évolution de la quantité de matières en suspension dans le fluide grâce à l'enregistrement de la transmission et de la rétrodiffusion. En utilisant les deux mesures simultanément nous couvrons une large gamme de concentration (de 0 à 10 g.L⁻¹).

L'étape suivante est l'essai du capteur en ligne sur une ou plusieurs stations d'épuration. Nous avons choisi d'installer le Turbiscan On Line sur une dérivation du centrat sur la station d'épuration de Noisy le Grand et ensuite sur la station de Châteauroux.

3.2.3.2 Les essais en ligne sur le site de Noisy le Grand

Nous avons installé l'appareil de mesure sur une simple dérivation du centrat, l'écoulement s'effectue d'une manière gravitaire. Un système formé par deux vannes permet de gérer le

flux du centrat dans l'appareil de mesure afin de maîtriser la vitesse de l'écoulement. La Figure 40 présente un schéma simplifié du montage.

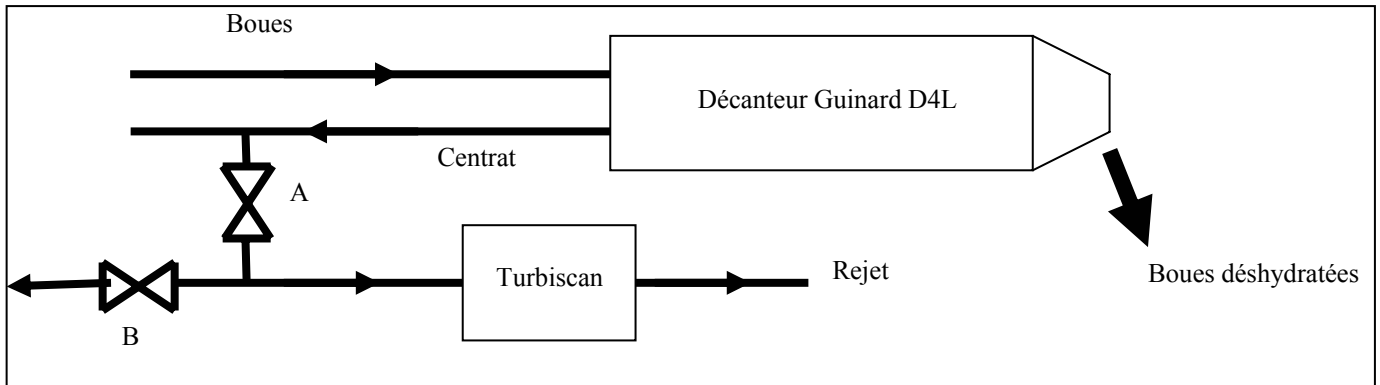


Figure 40 : Installation du Turbiscan sur le site de Noisy le Grand

La vanne A sert à ouvrir la dérivation du centrat et la vanne B est utilisée en cas de problème d'écoulement (vanne de purge). A chaque échantillonnage nous faisons passer le centrat à travers la dérivation en ouvrant la vanne A, quand le Turbiscan est rempli de produit nous fermons la vanne A et nous attendons que le signal de transmission (ou de rétrodiffusion) se stabilise.

Nous avons dans un premier test suivi l'évolution du signal en fonctionnement automatique, le centrat était plus au moins clair, la régulation par le couple est en effet active. Nous avons obtenu lors de ce premier test 5 points de fonctionnement (Figure 41), les concentrations indiquées en haut des pics présentent la mesure de référence au laboratoire.

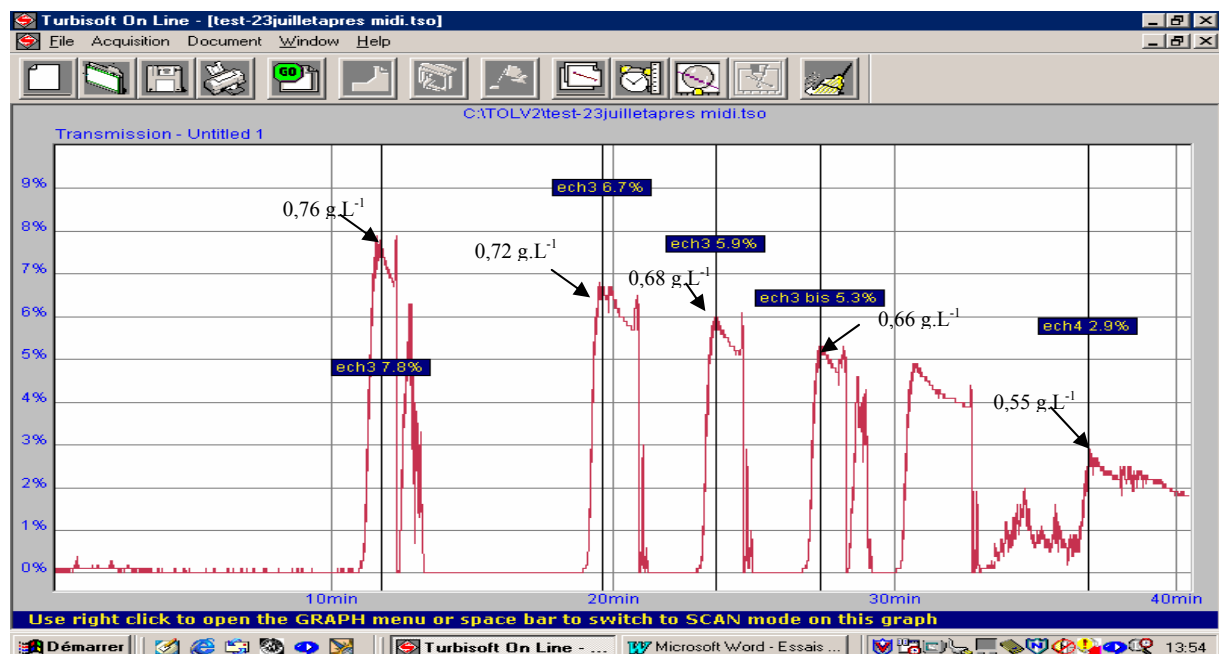


Figure 41 : Enregistrement de la transmission lors des essais du turbiscan sur le site de Noisy le Grand

Nous sommes restés dans des faibles concentrations du centrât. Dans ces conditions la mesure de la transmission est significative. La Figure 42 présente la relation de la transmission en fonction de la concentration laboratoire du centrât.

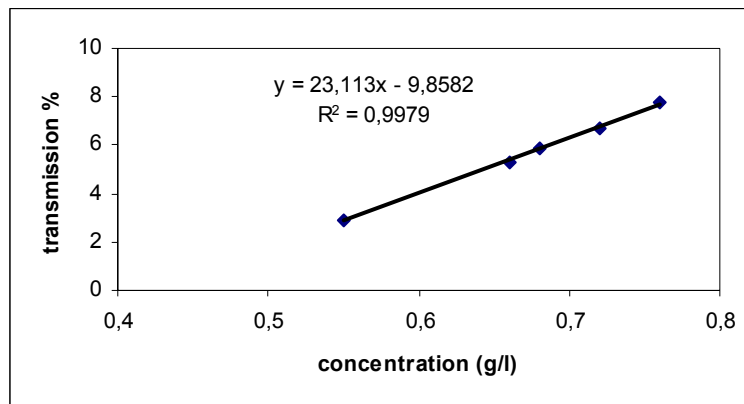


Figure 42 : Corrélation entre la transmission et la concentration lors des essais sur le site de Noisy Le Grand.

Selon la courbe de la Figure 42 la transmission augmente quand la concentration du centrât augmente. Ceci est contradictoire avec la logique du fonctionnement du capteur et les résultats préliminaires obtenus au laboratoire. Nous avons remarqué au cours de cet essai que la quantité des bulles d'air augmente quand la concentration réelle du centrât baisse. Le capteur est incapable de faire la différence entre les bulles d'air et les particules solides, ce qui peut expliquer cette tendance inverse de la Figure 42 qui ne représente pas la mesure de la quantité des MES dans le centrât.

Nous avons ainsi décidé de changer le protocole d'échantillonnage en dégazant le centrât. Pour la série d'essai suivante nous avons appliqué les étapes suivantes :

- Ouvrir la vanne A pour faire circuler le centrât.
- Fermer la vanne A.
- Ouvrir la vanne B pour dégazer le centrât.
- Faire la mesure au maximum de transmission.

La Figure 43 présente les courbes de transmission et de rétrodiffusion au cours de ce second essai.

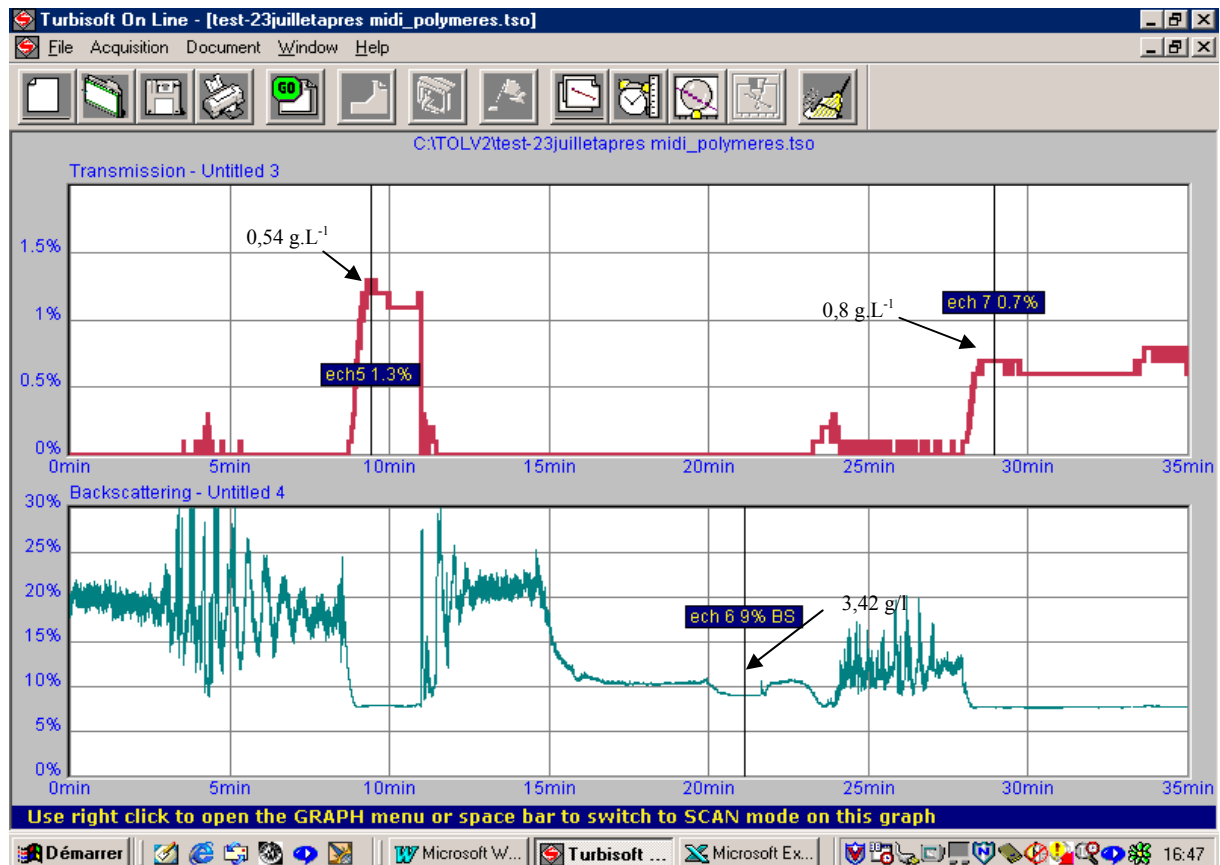


Figure 43 : Enregistrement de la transmission et de la rétrodiffusion lors de la seconde série d'essai sur le site de Noisy le Grand

Nous avons remarqué qu'après dégazage du centrât la tendance redevient logique. En effet pour une concentration de $0,54 \text{ g.L}^{-1}$ nous avons enregistré une transmission de 1,3% et pour une concentration de $0,80 \text{ g.L}^{-1}$ nous avons enregistré une transmission de 0,7%. Pour une concentration de $3,42 \text{ g.L}^{-1}$ la transmission devient nulle ce qui est cohérent avec les résultats obtenus lors des essais au laboratoire.

Faute de temps nous étions contraints d'arrêter les essais sur Noisy Le Grand. Nous avons installé le capteur sur le site de Châteauroux où nous avons plus de temps et de disponibilité de la centrifugeuse.

3.2.3.3 Les essais en ligne sur le site de Châteauroux

- Installation avec deux vannes

Les essais sont conduits de la même façon que dans le cas de Noisy le Grand avec le système d'échantillonnage à deux vannes. Nous effectuons avant chaque mesure un dégazage du centrât.

Au cours de la première série de tests nous avons récolté 10 échantillons en variant aléatoirement les paramètres de fonctionnement. L'ensemble des enregistrements est porté sur la Figure 44.

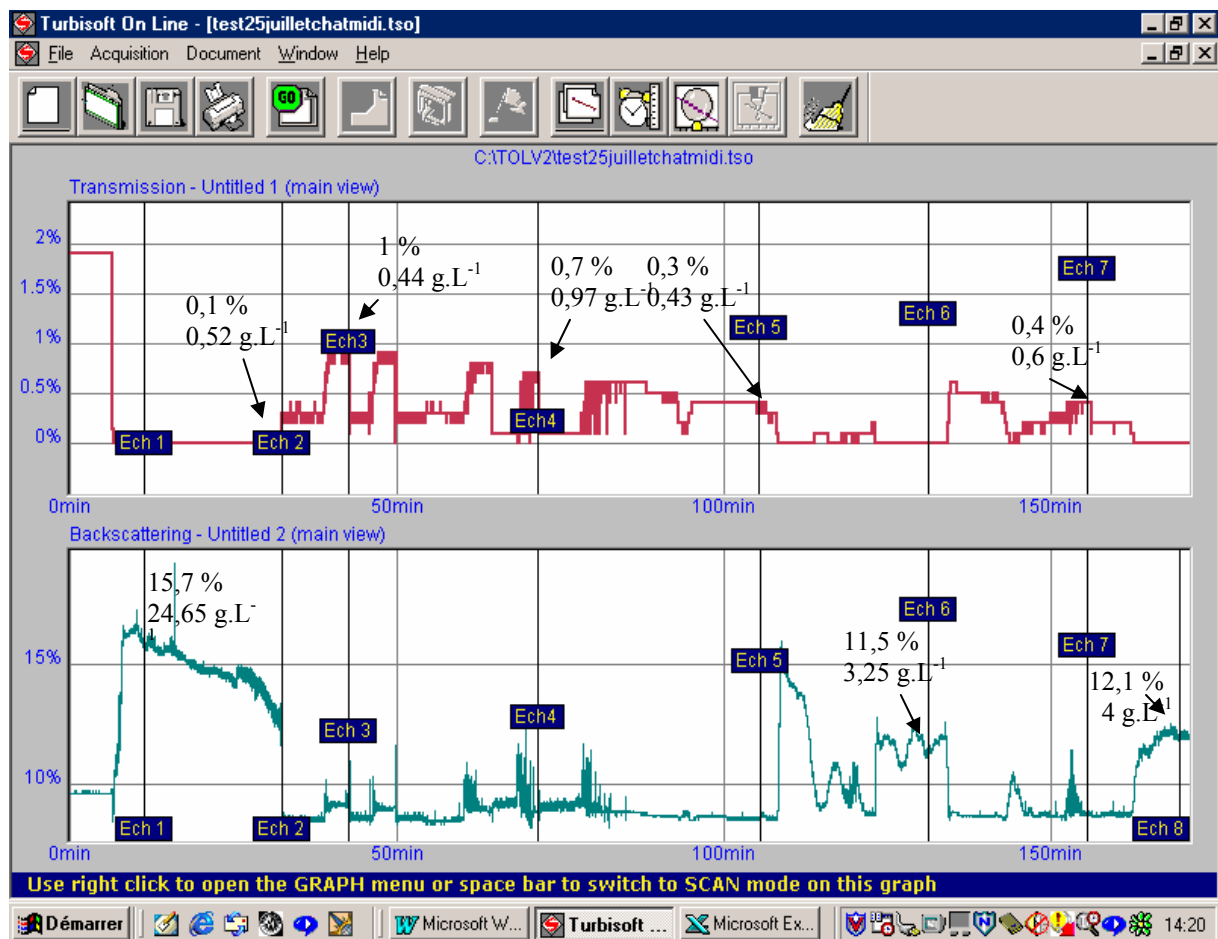


Figure 44 : Enregistrement de la transmission et de la rétrodiffusion lors des tests préliminaire sur le site de Châteauroux

Afin de mieux présenter les données nous avons porté sur deux graphiques différents les corrélations entre la transmission et la concentration du centrât d'un côté et la rétrodiffusion et la concentration du centrât de l'autre côté. La Figure 45 présente les différents résultats obtenus.

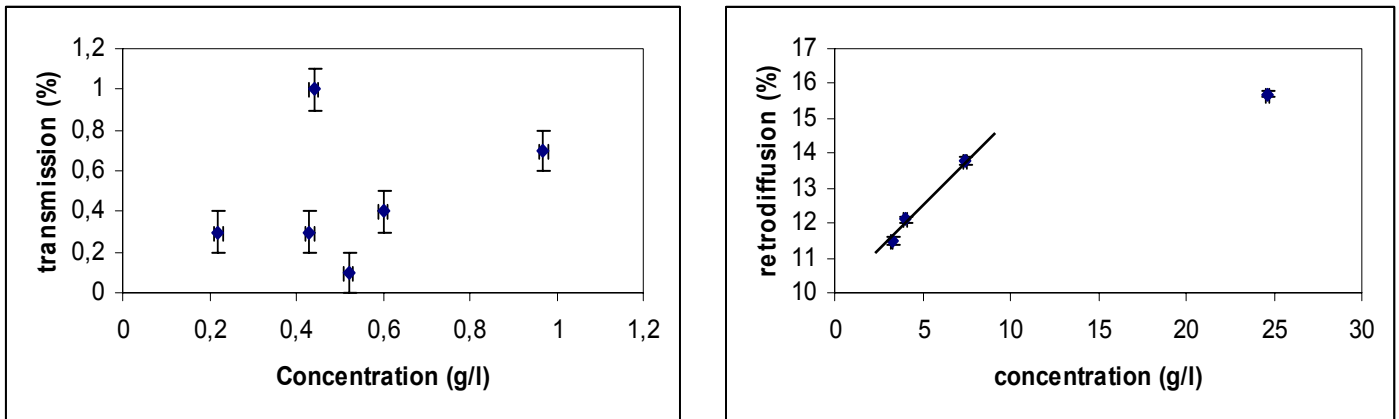


Figure 45 : Variation de la transmission et de la rétrodiffusion en fonction de la concentration lors des tests préliminaires à Châteauroux

La courbe de la rétrodiffusion est exploitable. En éliminant le point à $24,65 \text{ g.L}^{-1}$ (situation jamais atteinte dans un fonctionnement normal) nous pouvons établir une corrélation linéaire entre la concentration réelle du centrat et le signal de l'appareil.

La courbe de transmission est inexploitable, nous avons encore une fois un problème de bulle d'air qui perturbe la mesure. Nous avons ainsi décidé d'utiliser un nouveau système de dégazage.

- Installation avec cuve de dégazage et pompe péristaltique

Les derniers essais du Turbiscan On Line ont montré que la mesure est influencée par les bulles d'air, puisqu'elles sont considérées comme des particules. Pour résoudre ce problème nous avons développé une cuve de dégazage du centrat avant son arrivée vers l'appareil. Cette cuve, représentée dans la Figure 46, permet une circulation du centrat à travers quatre bacs avant de le récupérer à la sortie débarrassé des bulles d'air. La circulation entre les bacs 2 et 3 se fait par le bas forçant toutes les bulles d'air à s'évacuer du centrat.

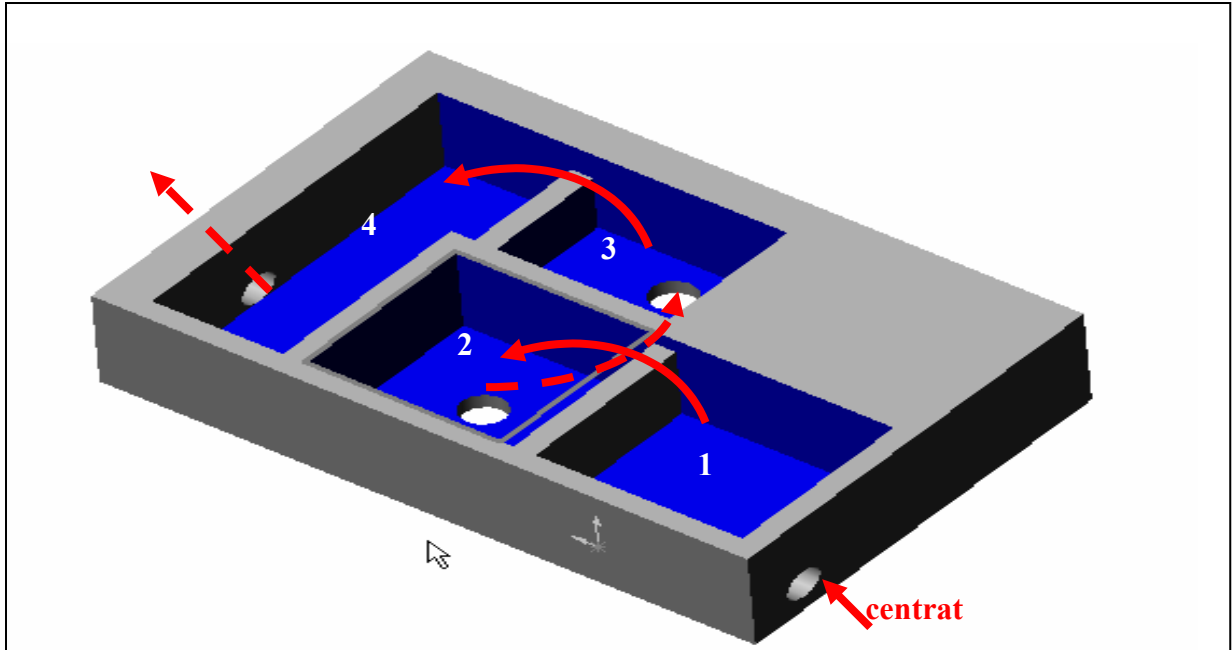


Figure 46 : Principe de la cuve du dégazage

Le Turbiscan On Line est installé après la sortie de la cuve 4, ce qui permet de faire la mesure sur un centrat complètement dégazé. Le montage expérimental sur site de Châteauroux est présenté sur la Figure 47 .

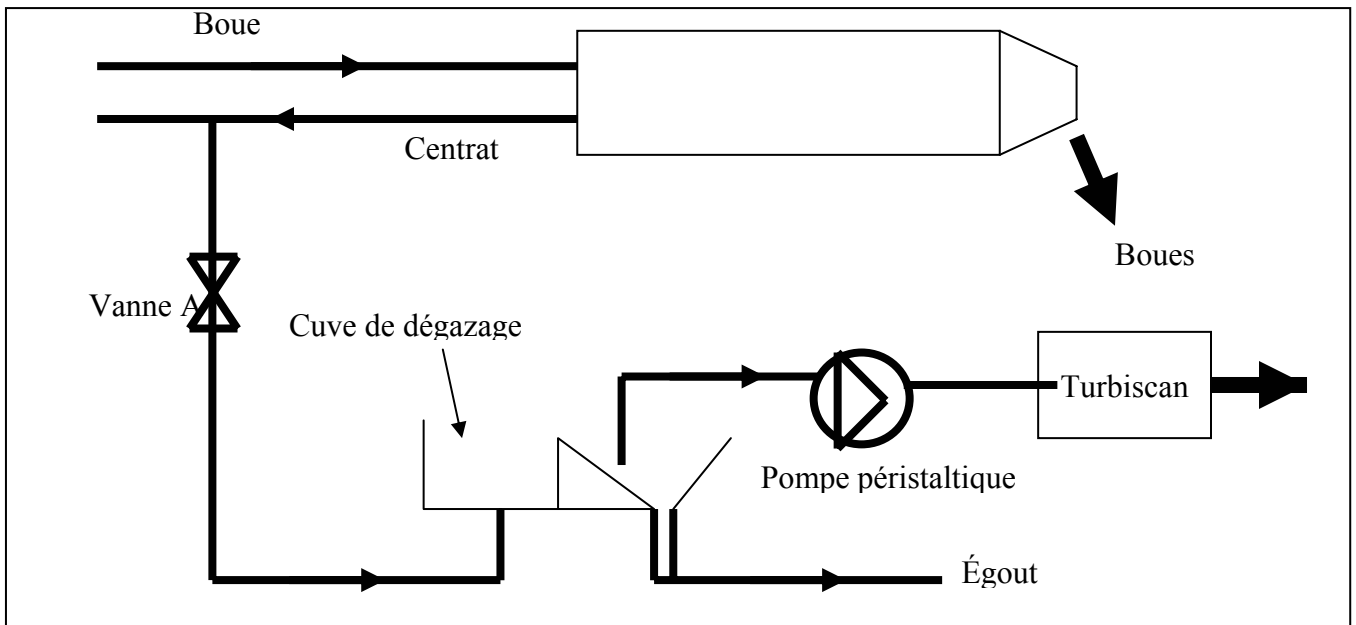


Figure 47 : Installation du Turbiscan sur le site de Châteauroux avec cuve de dégazage

Avec ce système la mesure s'effectue en ligne sans l'intervention de l'opérateur. Nous avons effectué deux séries d'essai sur le site de châteauroux, la première en variant la vitesse relative de la machine et la deuxième en variant le débit de polymère.

○ Essai avec variation de la vitesse relative

La première série de mesure est effectuée en chargeant la vitesse relative de la machine, le Tableau 17 regroupe les résultats de ces tests.

Tableau 17 : Résultats de l'essai de variation de la vitesse relative

| Echantillon | V_r (tr.min ⁻¹) | Concentration g.L ⁻¹ | Transmission (%) | Rétrodiffusion (%) |
|-------------|-------------------------------|---------------------------------|------------------|--------------------|
| 1 | 7 | 6,72 | 0,00 | 9,58 |
| 2 | 8 | 3,90 | 0,00 | 8,23 |
| 3 | 9 | 0,32 | 3,98 | - |
| 4 | 9 | 0,35 | 3,57 | - |
| 5 | 10 | 0,29 | 4,32 | - |
| 6 | 7 | 0,30 | 4,40 | - |
| 7 | 8 | 0,95 | 0,83 | |
| 8 | 8 | 0,31 | 4,10 | |
| 9 | 6 | 6,22 | 0,00 | 9,41 |
| 10 | 4 | 16,00 | 0,00 | 10,50 |
| 11 | 8 | 0,61 | 2,48 | |
| 12 | 8 | 0,40 | 3,38 | |
| 13 | 8 | 2,10 | 0,00 | 7,71 |
| 14 | 8 | 0,60 | 2,34 | |

Nous remarquons ici une tendance logique, plus la concentration du centrat augmente plus la transmission devient faible. Dans le cas où la transmission est nulle nous enregistrons la valeur de la rétrodiffusion.

○ Essais de variation du débit de polymère

Les résultats bruts de cet essai sont présentés dans la le Tableau 18.

Tableau 18 : Principaux résultats obtenus avec variation du débit de polymère

| Echantillon | D_p (m ³ .h ⁻¹) | Concentration g.L ⁻¹ | Transmission (%) | Rétrodiffusion (%) |
|-------------|--|---------------------------------|------------------|--------------------|
| 15 | 0,68 | 1,00 | 0,88 | |
| 16 | 0,68 | 0,90 | 1,29 | |
| 17 | 0,94 | 0,75 | 1,74 | |
| 18 | 1,17 | 0,72 | 0,78 | |
| 19 | 0,40 | 0,70 | 2,03 | |
| 20 | 0,28 | 8,50 | 0,00 | 10,6 |

Encore une fois la tendance du signal est logique, plus la concentration augmente plus la valeur enregistrée de transmission est faible, sauf pour le point à 0,72 g.L⁻¹ (point 18) dont la valeur de transmission paraît curieuse, elle devait en principe se situer entre 1,7 et 2%. Pour les fortes concentrations la transmission est nulle et nous prenons en compte la valeur de la rétrodiffusion.

Ainsi nous avons obtenu au cours de ces trois séries d'essai 20 points de mesure que nous analyserons.

○ Analyse des résultats

Nous avons décidé de regrouper les 20 points de mesure des trois séries d'essais afin de rechercher une relation générale de variation de la transmission et de la rétrodiffusion en fonction de la concentration du centrat.

Nous avons sélectionné tous les points dont la transmission n'est pas nulle. La Figure 48 présente la corrélation obtenue entre la transmission et la concentration du centrat.

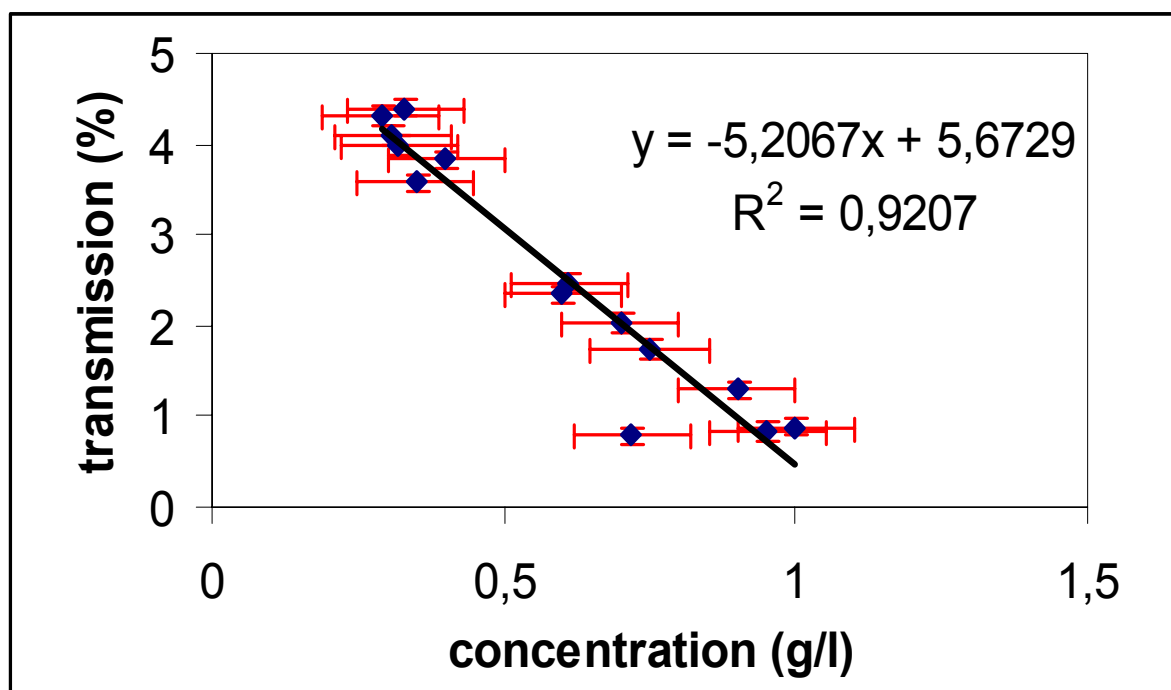


Figure 48 : Corrélation Concentration / Transmission obtenue lors des tests du Turbiscan équipé de la cuve de dégazage sur le site de Châteauroux

Les barres d'erreur indiquées sur le graphique sont de $\pm 0,1 \text{ g.L}^{-1}$ pour la concentration en MES du centrat (précision souhaitée par le cahier des charges de l'entreprise Guinard Centrifugation) et de $\pm 0,1 \%$ pour le signal de transmission (donnée constructeur).

A part un seul point qui est en dehors de la droite, tout les points présentent une corrélation linéaire avec $R^2=0,92$.

Quand la transmission s'annule, nous prenons la valeur de la rétrodiffusion. De la même façon nous avons tracé la rétrodiffusion en fonction de la concentration du centrat. La Figure 49 présente ce résultat.

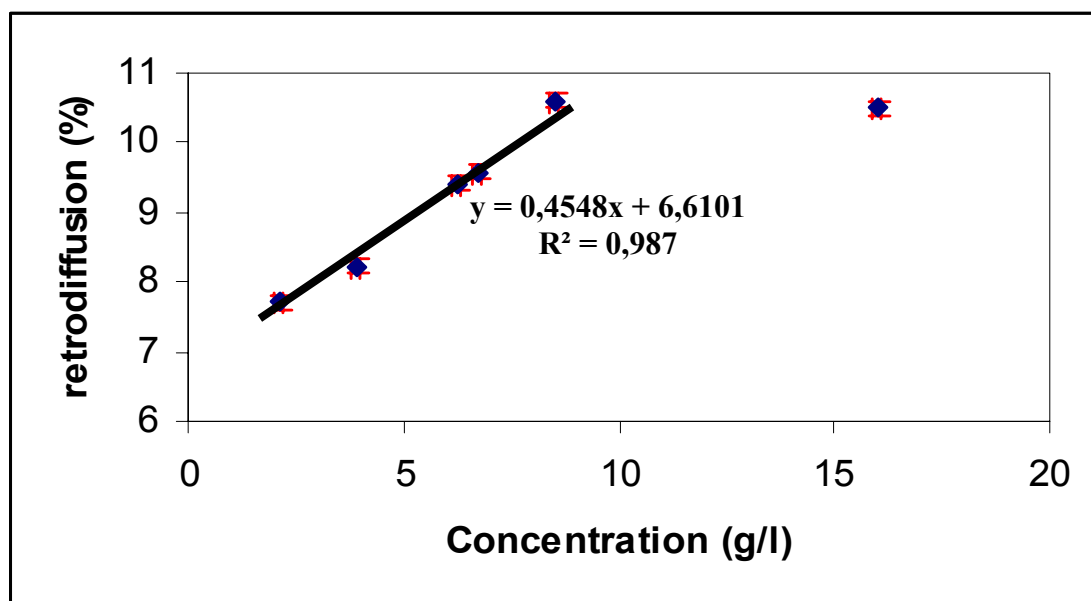
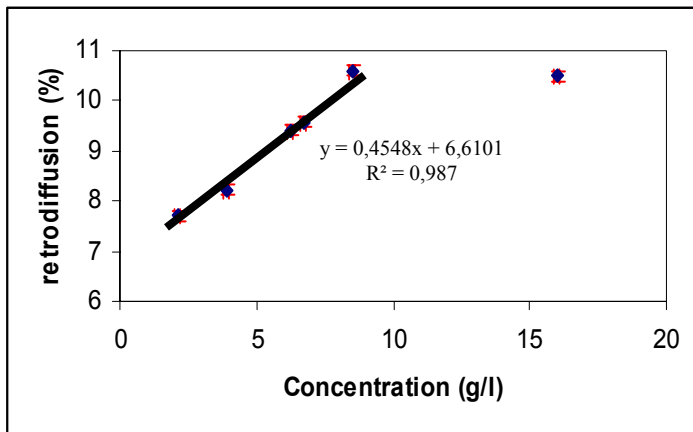


Figure 49 : Corrélation Concentration / Rétrodiffusion obtenue lors des tests du turbiscan équipé de la cuve de dégazage sur le site de Châteauroux

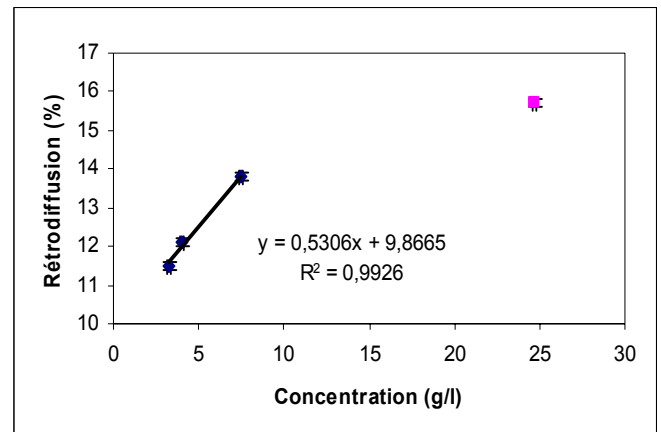
Nous remarquons qu'à partir d'une certaine valeur de concentration du centrat ($\approx 10\text{g.L}^{-1}$) le capteur sature et indique la même valeur de rétrodiffusion. Cette gamme de concentration n'est pas intéressante dans notre application puisqu'en fonctionnement normal nous n'atteignons jamais ces valeurs de concentration.

En dessous d'une concentration de centrat de 10g.L^{-1} , nous avons une corrélation linéaire entre la rétrodiffusion et la concentration du centrat avec $R^2=0,98$.

Nous pouvons comparer ce résultat avec les essais effectués sur le site de Noisy le Grand. En effet les valeurs enregistrées pour la rétrodiffusion avec le système de dégazage à deux vannes ne sont pas erronées vu l'absence de mousse dans les centrats à concentration supérieure à 2g.L^{-1} . La Figure 50 présente une comparaison entre les deux courbes de rétrodiffusion obtenues sur les deux sites. Nous observons la même tendance entre les deux sites avec une différence au niveau de la valeur de la pente de la droite de corrélation. Ceci est certainement dû aux caractéristiques du centrat et surtout à sa couleur qui est différente entre les deux sites étudiés.



Châteauroux



Noisy le grand

Figure 50 : Comparaison entre les résultats des essais de deux sites différents

3.2.4 Conclusion des essais du Turbiscan On Line

Le dispositif installé sur la station de Châteauroux permet une lecture directe de la concentration du centrat tout en évitant les problèmes de mousse. L'utilisation de la pompe péristaltique a permis de limiter (voire annuler) le colmatage assez fréquent sur le circuit de picage du centrat. En effet au cours des dernières séries de test nous n'avons pas eu de problème de colmatage mais juste des problèmes d'accumulation de mousse en haut de la cuve de dégazage. Il faudrait prévoir un système d'évacuation des mousses.

A partir de l'analyse graphique présentée plus haut, tous les échantillons sont prédits dans une fourchette 0,1 g.L⁻¹. Avec ce type d'appareil la concentration en MES du centrat peut être suivie en temps réel sur une large gamme de mesure (de 0,1 à 10 g.L⁻¹). Dans une station d'épuration la concentration du centrat ne dépasse que rarement les 10 g.L⁻¹, donc cet appareil est tout à fait validé pour la mesure en ligne de la concentration du centrat et pourrait être intégré dans une boucle de contrôle. Ce capteur est aussi un excellent outil pour l'étude de la dynamique des centrifugeuses.

Nous ne pouvons pas juger quant à la répétabilité et la fiabilité du capteur puisque nous n'avons pas eu le temps d'effectuer plus d'essais. L'inconvénient majeur de cet appareil est son prix d'achat qui est de **42 000 €** ce qui est exorbitant par rapport au prix des centrifugeuse de l'entreprise Guinard Centrifugation (entre 40000 et 200000€ selon la taille de la machine). Mais à travers cette étude nous avons retenu que l'application d'un principe optique pour la mesure en ligne de la concentration en MES du centrat est possible. Nous avons décidé

d'étudier la possibilité d'utiliser d'autres sondes proposées sur le marché de mesure de turbidité moins chères que le Turbiscan On Line.

3.3 Sonde VisioTurb 700 IQ (WTW)

A l'inverse de la sonde précédente, le VisioTurb 700 IQ ne sera pas installé sur un pilote au laboratoire, en se basant sur les documents du fournisseur, nous effectuons les tests directement en ligne.

3.3.1 Principe

Le VisioTurb 700 IQ utilise le principe de mesurage de la turbidité selon la norme ISO 7027 (AFNOR ISO 7027, 2001). Il est équipé d'une source infra-rouge à 860 nm et un photodétecteur. Le principe de mesurage de la turbidité est illustré dans la Figure 51.

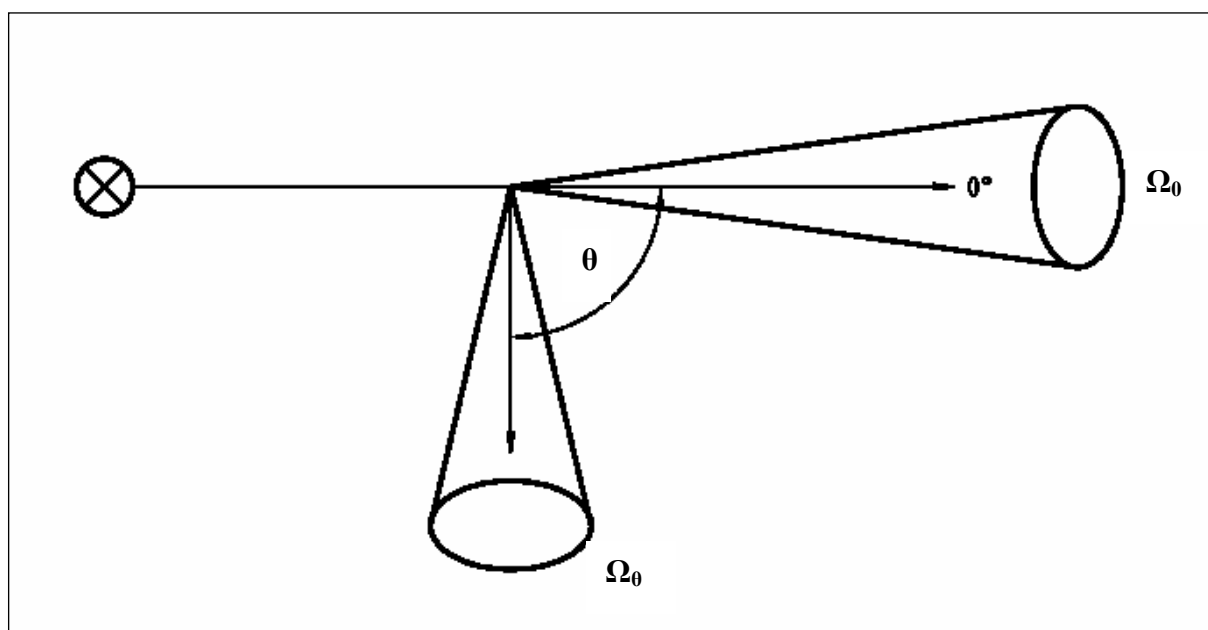


Figure 51 : Principe de mesure de la turbidité

A son passage par la solution, la lumière se décompose en deux composantes : la lumière transmise mesurée à un angle de 0° et la lumière diffusée mesurée à un angle θ . L'intensité de la lumière diffusée dépend de la longueur d'onde de la radiation incidente, de l'angle de mesure θ , des caractéristiques optiques de la solution, de la taille et de la distribution des particules en suspension dans le liquide.

Lors de la mesure de l'atténuation de la lumière transmise, la valeur dépend de l'angle solide Ω_0 . Lorsque l'on mesure la lumière diffusée, la valeur mesurée dépend de l'angle de mesure θ et aussi de l'angle solide Ω_0 . θ est l'angle formé par la direction incidente et la direction de la radiation diffusée mesurée.

Le VisioTurb présente un angle de mesure θ de $90^\circ (\pm 2,5^\circ)$ et un angle d'ouverture Ω_0 compris entre 20° et 30° , nous mesurons ainsi la diffusion de la lumière à travers le produit.

L'objectif étant de corréliser cette mesure à la concentration en matières en suspension du centrat.

3.3.2 Installation en ligne

L'installation du VisioTurb 700 IQ peut se faire de plusieurs manières soit en plongeant la sonde dans une cuve contenant le centrat ou en l'installant directement sur la tuyauterie. Les deux solutions sont applicables sur notre site expérimental. Nous disposons de la cuve de dégazage utilisé avec le Turbiscan On Line ainsi que plusieurs piquages du centrat facilement modifiables. Nous avons choisi d'installer ce capteur directement sur la conduite vue la possibilité d'avoir un manchon d'adaptation dans lequel nous insérons aisément la sonde (Figure 52). L'expérience retenue des essais du Turbiscan On Line montre que les capteurs optiques ne font pas la différence entre les bulles d'air et les particules, le dégazage étant indispensable pour avoir une mesure correcte qui reflète le taux de MES dans le centrat. Le capteur a été installé sur la dérivation centrat juste après la sortie du pot de dégazage de la centrifugeuse, à cet endroit le centrat contient très peu de bulles d'air.

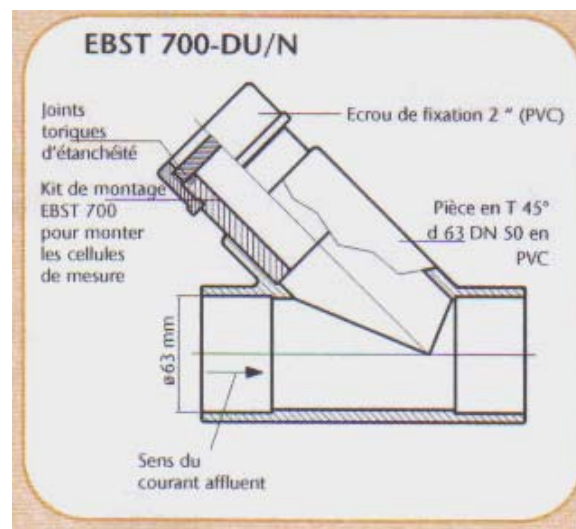


Figure 52 : Système d'adaptation de la sonde VisioTurb 700IQ sur conduite

3.3.3 Particularité de l'appareil

Cet appareil présente un système de nettoyage breveté, il est basé sur les ondes ultrasonores. Une source d'onde ultrason est placée sous les cellules de mesure, elle crée des vibrations de la tête de la sonde qui empêchent le colmatage des matières en suspension. Ce système anti-encrassement sera testé lors de l'essai en ligne de la sonde sur le site de Châteauroux.

La Figure 53 présente un schéma simplifié de la sonde, dont la légende est :

- 1- Corps de la sonde

- 2- Tête de connexion pour la transmission du signal
- 3- Fenêtre des mesures optiques
- 4- Disque en saphir avec un système de nettoyage.

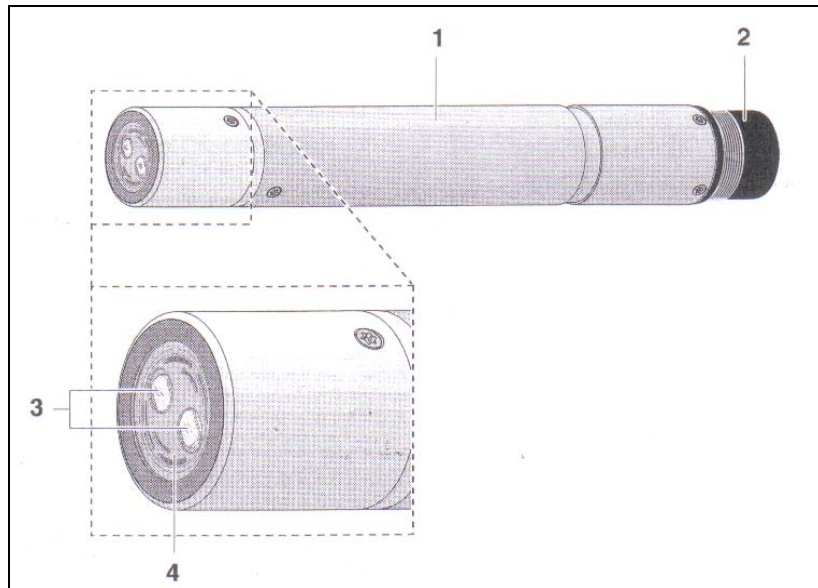


Figure 53 : Structure de la sonde VisioTurb 700 IQ

3.3.4 Résultats des tests de la sonde VisioTurb 700 IQ (WTW)

La calibration de la sonde est effectuée avec du centrat collecté 24 heures avant les essais et conservé au frais, la concentration de l'échantillon de calibration est de $0,24 \text{ g.L}^{-1}$.

Nous avons enregistré 30 valeurs de concentration au cours des trois journées des essais, les résultats sont présentés dans la Figure 54.

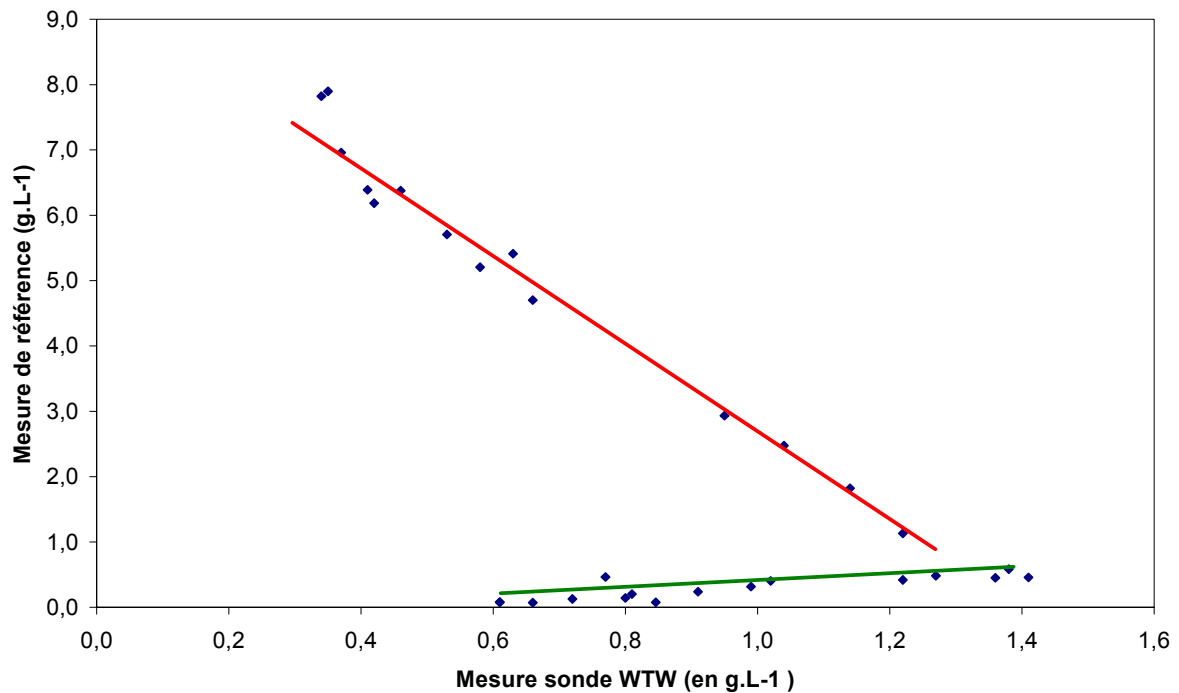


Figure 54 : Relation entre la mesure de référence et la mesure de la sonde WTW

Nous avons observé deux tendances au cours des trois jours d'essai:

- la courbe verte, obtenue lors du premier jour d'essai, présente une tendance logique puisque ça reflète bien la tendance suivie par la concentration réelle du centrat. Néanmoins il existe un biais dû certainement à un mauvais étalonnage de la sonde. Dans ce cas nous sommes restés à des concentrations faibles (entre 0 et 1 g.L⁻¹)
- La courbe rouge, obtenue les deux jours suivant, présente une tendance illogique. Bien que nous ayons augmenté considérablement la concentration du centrat, les valeurs indiquées par la sonde restent petites et ne reflètent pas la réalité.

Ce résultat montre que la sonde n'est pas efficace pour la mesure en ligne de la concentration du centrat. Nous avons cherché une explication pour cette dispersion inattendue, pour cela nous avons démonté la sonde. La Figure 55 montre une photographie de la sonde après les essais.



Figure 55 : Photographie de la sonde WTW après les essais

Nous remarquons sur cette photographie qu'une couche mince de centrat s'est déposée devant les lentilles de mesure, ce qui a certainement faussé la mesure de turbidité. La méthode de nettoyage par ultrason n'est pas efficace pour contrer l'encrassement engendré par le centrat issu de la déshydratation des boues urbaines. Comme nous l'avons indiqué au début de l'étude le centrat présente un grand pouvoir encrassant, ce qui incite au développement d'une mesure sans contact avec le centrat que nous étudierons plus tard.

3.4 Sonde SOLITAX hs-line (Dr Lange)

Comme pour le cas précédent, cette sonde sera testée directement dans la station d'épuration. C'est une sonde récente sur le marché qui a donné des bons résultats pour la mesure de la concentration des boues dans les bassins d'aération de plusieurs stations d'épuration.

3.4.1 Principe

Le principe de la mesure de la turbidité est le même que celui utilisé avec la sonde VisioTurb, sauf que cette sonde dispose d'un système de compensation de la couleur. Le système de mesure est constitué par une source infrarouge de longueur d'onde 860 nm. La sonde est équipée de deux photo-détecteurs, qui sont disposés côte à côte et mesurent la diffusion de la lumière à 90° (Figure 56).

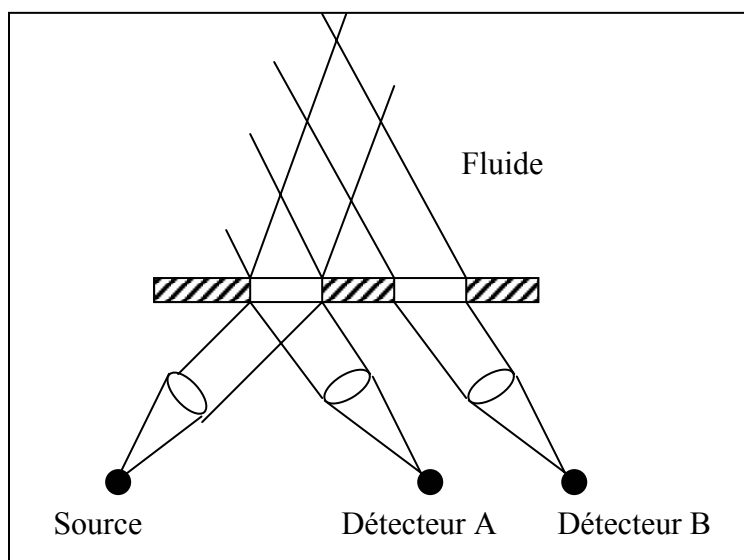


Figure 56 : Disposition de la source et des détecteurs

Le détecteur A effectue une mesure de turbidité classique, tandis que le détecteur B effectue une mesure plus loin à l'intérieur du fluide.

Les courbes de la Figure 57 (fournies par le constructeur du matériel) présentent la réponse des deux détecteurs dans un liquide chargé, en abscisse est portée la concentration en g.L^{-1} de la solution et en ordonnée le signal du détecteur en mV.

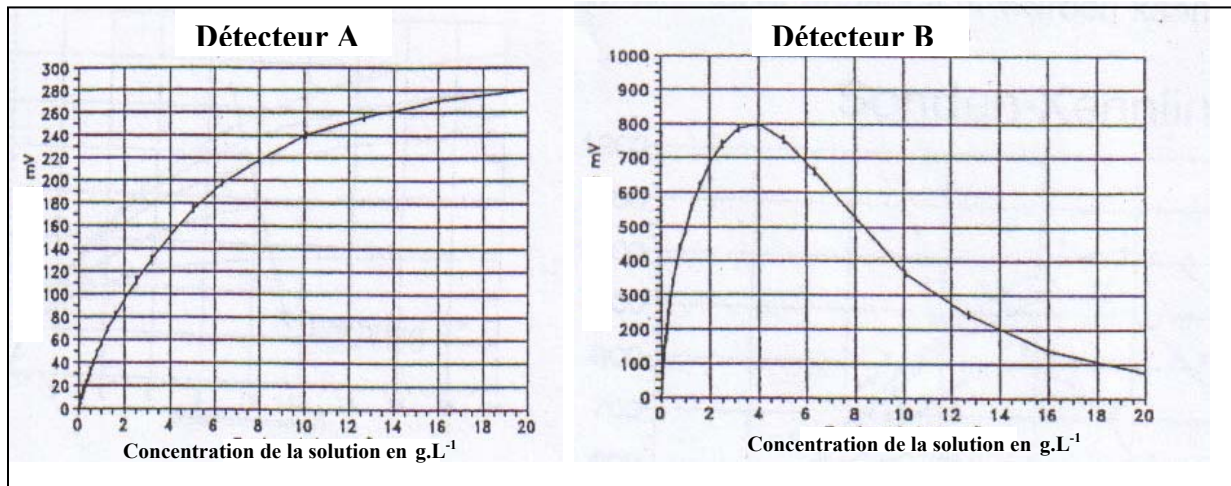


Figure 57 : Mesure de la lumière dispersée au moyen des deux photo détecteurs.

On se rend compte que la réponse du détecteur B est difficilement interprétable, alors que les MES peuvent être déduites de la mesure de la lumière dispersée issue du détecteur A. Les courbes de la Figure 57 présentent un cas où la couleur du liquide ne change pas, si la couleur change on obtient sur le détecteur A les courbes de la Figure 58.

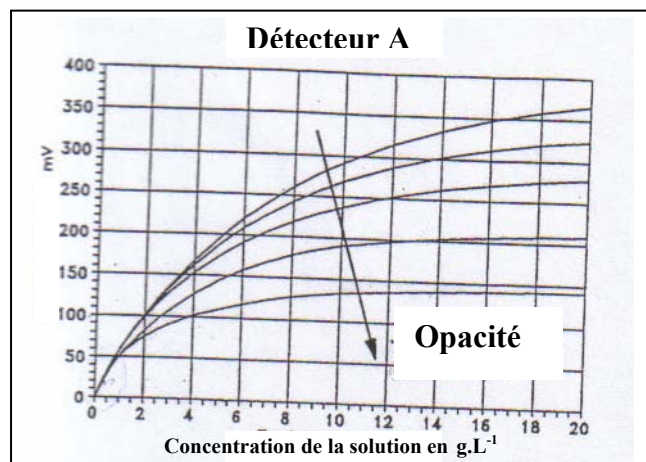


Figure 58 : Evolution du signal du détecteur A en fonction de l'opacité de la solution

L'idée développée dans les services de Dr Lange est de représenter les signaux issus des deux détecteurs dans un diagramme XY, les liquides utilisés sont des boues (B_i) de couleurs différentes et d'absorptions proches. En faisant plusieurs essais à des concentrations différentes ils ont obtenu la courbe présentée dans la Figure 59.

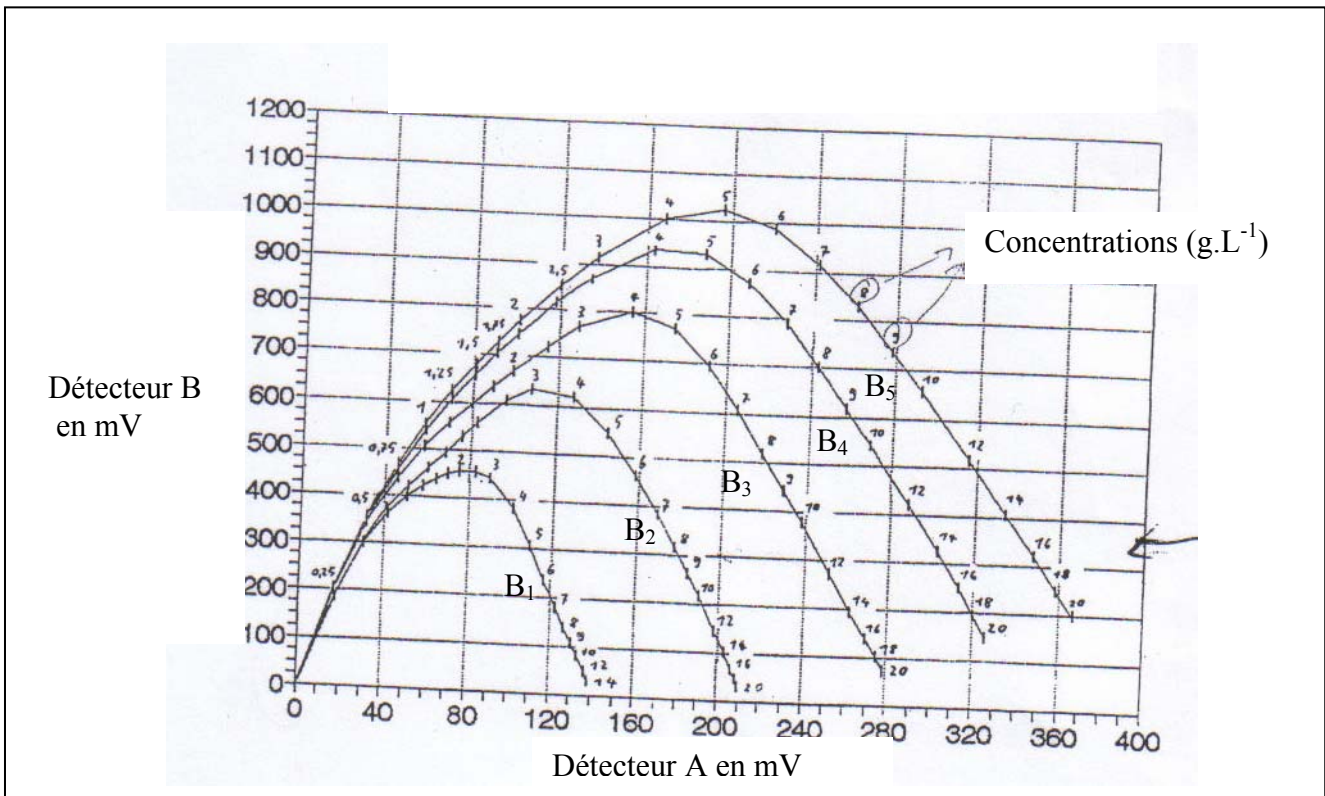


Figure 59 : Présentation des abaques de caractéristique de la sonde

Les propriétés optiques d'une substance dissoute dans l'eau dépendent de sa concentration c , du coefficient d'absorption dû à la couleur K_i , et de son pouvoir de dispersion Σ_d . On montre que l'intensité de la lumière dispersée dans cette solution est fonction de ces trois paramètres.

Pour de très faibles concentrations, l'absorption (K_i) est négligeable, ce qui explique que les abaques de la Figure 59, au voisinage de l'origine, sont confondus. Par contre pour les solutions plus concentrées les valeurs de K_i sont différentes ce qui donne 5 courbes bien différenciées.

Pour calibrer la sonde, nous utilisons un échantillon de centrat de concentration connue. La sonde récupère l'information issue de ses deux photodétecteurs et s'aligne sur l'abaque de concentration appropriée, tenant ainsi compte de la couleur du centrat.

3.4.2 Installation en ligne de la sonde

La sonde Solitax hs-line est immersible dans un bac mais ne peut pas être installée sur une conduite. Nous avons choisi d'installer la sonde dans une cuve permettant la circulation du centrat. Le flux de centrat doit être perpendiculaire à la tête de la sonde, d'après les ingénieurs de la société Dr Lange ceci évite considérablement l'encrassement de la fenêtre.

Le système installé est présenté dans la Figure 60.

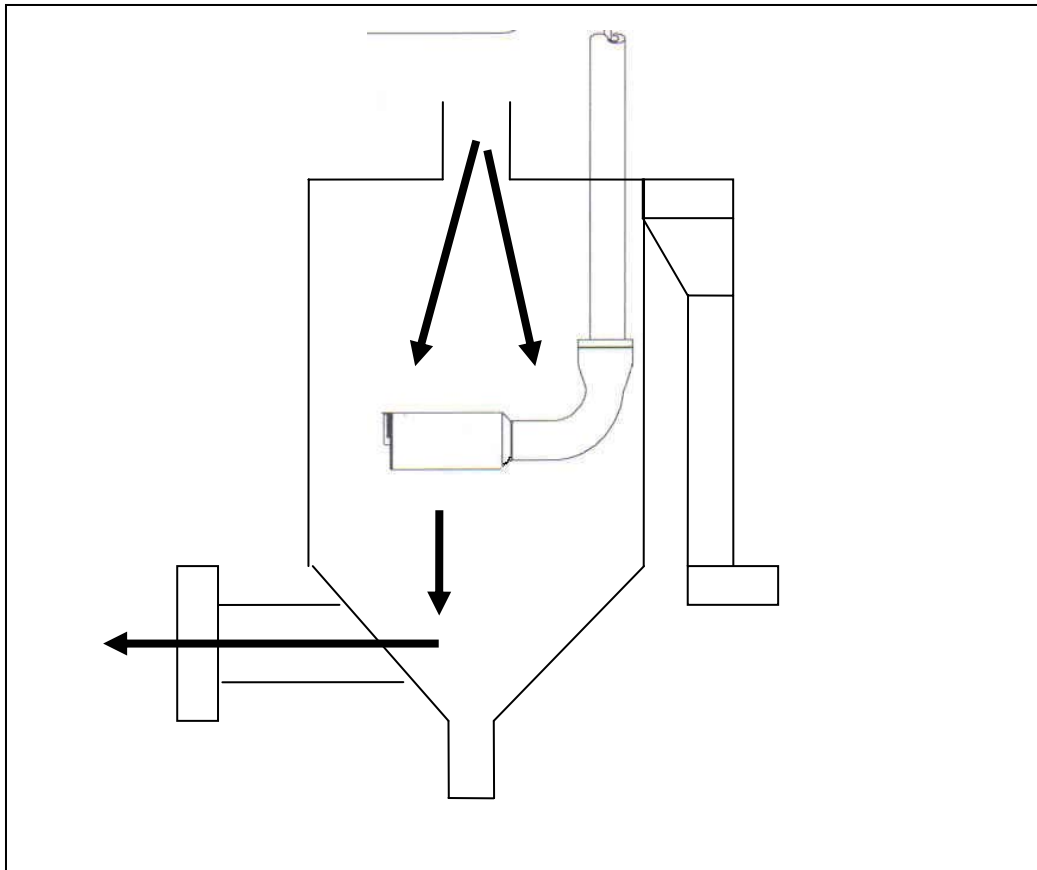


Figure 60 : Installation de la sonde Solitax

Les flèches en gras sur la Figure 60 présentent le circuit ainsi pris par le centrât dans le skid.

3.4.3 Particularité de la sonde

Comme dans le cas de la sonde VisioTurb 700IQ, la sonde Solitax hs-line est équipée d'un système de nettoyage. En effet la propreté des deux fenêtres de la tête de la sonde est essentielle pour l'exactitude de la mesure, le balai intégré à la sonde (Figure 61) élimine toutes les impuretés.

Nous proposons dans notre étude de tester la robustesse d'un tel système de nettoyage.

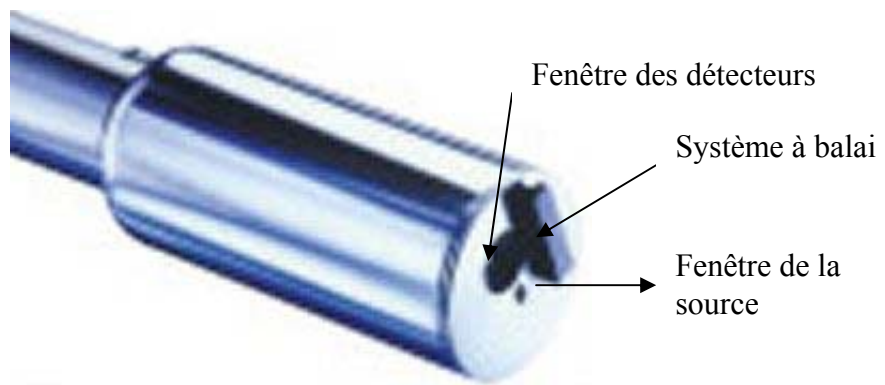


Figure 61 : Système de nettoyage des fenêtres de la sonde Solitax

3.4.4 Résultats des tests de la sonde SOLITAX hs-line (Dr Lange)

Cette sonde a besoin d'être calibrée avant utilisation (comme dans le cas de la sonde VisioTurb). Le centrat servant à la calibration est collecté 24 heures avant les essais, sa concentration mesurée au laboratoire est de $0,18 \text{ g.L}^{-1}$.

Les différents états de fonctionnement explorés ont permis de collecter 42 échantillons allant de $0,1$ à 10 g.L^{-1} . La Figure 62 présente la relation obtenue entre la mesure de la sonde et la concentration de référence mesurée selon le protocole de laboratoire.

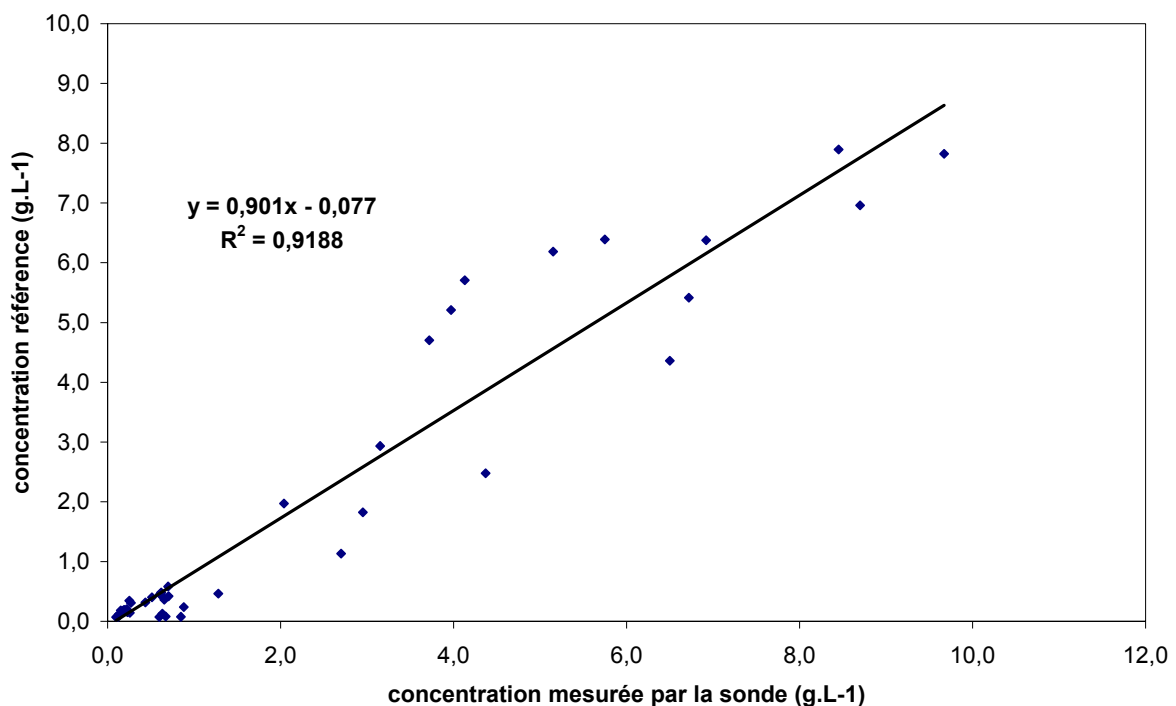


Figure 62 : Relation entre la mesure de référence et la mesure de la sonde Dr Lange

Le coefficient de corrélation est de 92 % ce qui présente un bon résultat, mais la précision de la sonde reste médiocre au delà de 2 g.L^{-1} . Malgré la brève campagne d'essai nous pouvons conclure que cette sonde a bien résisté à l'encrassement, le système de nettoyage avec balais est efficace. La photographie de la Figure 63 confirme ce résultat, nous observons que de la filasse et des particules se sont collées sur la paroi du capteur, seule la fenêtre de mesure est épargnée grâce au système de nettoyage. D'autre part le système de compensation de couleur paraît satisfaisant, aucune dérive n'a été notée lors de ces 4 journées d'essai.



Figure 63 : Photographie de la sonde Dr Lange après la campagne des essais

La disponibilité de matériel efficace pour la mesure en ligne de la concentration en MES du centrat nous a encouragé à développer une nouvelle solution de mesure dans les laboratoires de l'ENSIA. L'idée directrice du développement est d'effectuer une mesure sans contact avec le centrat pour s'affranchir des problèmes d'encrassement. D'un autre côté le développement d'une solution de mesure permet de baisser considérablement le prix du capteur en l'adaptant uniquement à nos besoins.

4 Développement d'une solution de mesure par spectrophotométrie

4.1 La spectrophotométrie : principe et méthode d'analyse

4.1.1 Principe de la spectrophotométrie

Définition : Le spectrophotomètre est un instrument de mesure permettant la comparaison et l'analyse de grandeurs photométriques (intensité, absorption et transmission) relatives à un rayonnement. Le principe est de balayer un spectre et de récupérer en sortie la réponse d'un milieu excité pour plusieurs longueurs d'onde.

La source de lumière émet un faisceau lumineux à partir d'une lampe halogène. Afin de faire les mesures à plusieurs longueurs d'ondes, il faut générer des signaux couvrant un spectre : dans notre cas nous avons utilisé un spectrophotomètre à réseaux. Le spectrophotomètre utilisé dans cette partie est de modèle ZEISS MMS1 – NIR. Le système de mesure se constitue de 256 photodiodes capables de mesurer l'intensité de la lumière à une longueur d'onde donnée. Une carte de conversion analogique numérique vient s'associer aux photodiodes et convertit l'intensité du signal en une valeur numérique. Les deux principaux axes en spectrophotométrie sont :

- Abcisse : l'axe des abscisses est rapporté aux longueurs d'onde λ , exprimées en nanomètres avec $\lambda = \frac{c}{\nu}$ où c , vitesse de la lumière, est égale à 3.10^8 m.s^{-1} .
- Ordonnée : Ce sont des densités spectrales de puissance ou d'énergie, deux grandeurs reliées par la durée d'enregistrement d'un élément spectral, qui sont portées en fonction de la longueur d'onde.

Ces grandeurs photométriques dépendent d'une part de la densité spectrale de luminance de la source, et d'autre part de l'étendue de faisceau admise par le spectrophotomètre qui caractérise sa luminosité; le signal dépend enfin de la sensibilité du détecteur. Pour une graduation absolue de l'axe des ordonnées, il faut connaître la fonction de transfert de l'ensemble du spectrophotomètre et de son dispositif de détection. Cette opération d'étalonnage, particulièrement nécessaire pour les spectrophotomètres, s'effectue généralement en usine à l'aide d'une source de spectre connu. Dans notre cas d'étude nous allons porter sur l'axe

des ordonnées l'intensité du signal récupéré à la sortie de la carte de conversion analogique-numérique à la sortie du spectrophotomètre.

Un autre paramètre vient s'associer à la mesure spectrophotométrique : c'est le temps d'intégration. Les photodiodes réceptrices se chargent en énergie, plus le temps d'attente est grand, plus le signal est croissant. Ce paramètre est réglable sur le capteur Zeiss, à chaque mesure nous pouvons choisir un temps d'intégration différent afin de collecter le maximum d'informations sans atteindre la saturation des photodiodes. Enfin, nous divisons le spectre obtenu par son temps d'intégration pour normaliser les différents spectres.

Pour représenter les spectres, nous effectuons la moyenne des spectres enregistrés que nous divisons par le temps d'intégration (pour normer les mesures). La Figure 64 présente un exemple des spectres enregistrés sur de l'eau pure et sur de l'eau chargée en particules en suspensions, en abscisse les longueurs d'onde et en ordonnée l'intensité du signal enregistré par le spectrophotomètre.

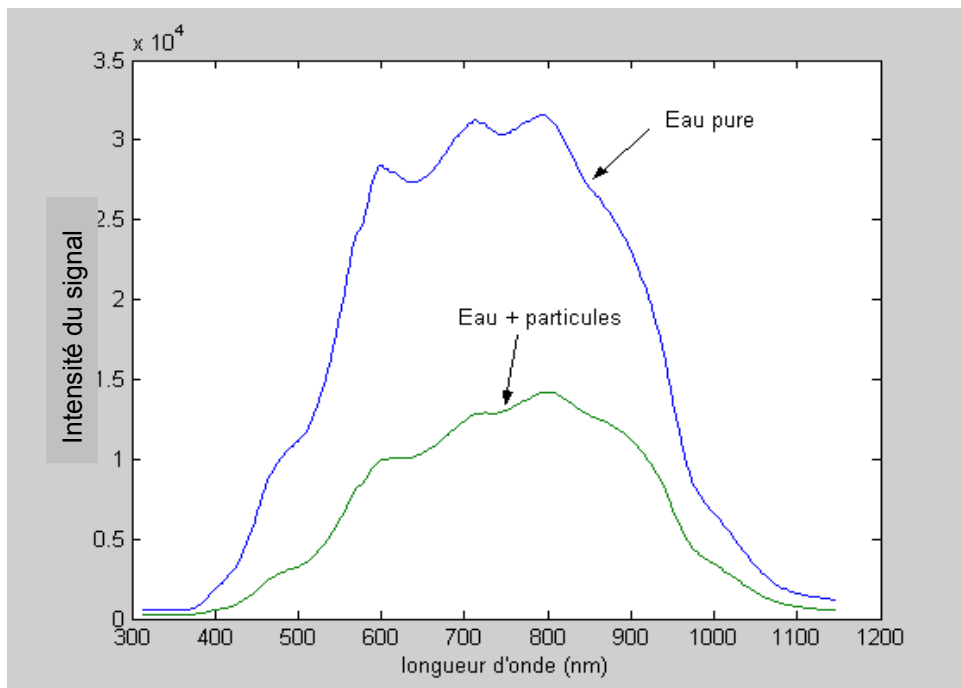


Figure 64 : Exemple d'enregistrement des spectres des 256 longueurs d'onde

Pour améliorer le traitement nous avons éliminé les valeurs nulles de transmissions (non porteuses d'information), ceci pourra aussi éviter d'avoir des effets du bruit sur le signal enregistré. Afin d'adapter cet appareil à notre application nous avons construit deux pilotes d'essai : un pilote au laboratoire et un deuxième pour une utilisation en ligne. Pour l'analyse des spectres nous avons adopté quelques méthodes mathématiques que nous expliquerons dans la suite.

4.1.2 Méthodes mathématiques pour l'analyse des spectres

L'objectif est de relier les spectres enregistrés à la concentration réelle du centrat mesurée au niveau du laboratoire. Dans notre cas nous avons utilisé une méthode de régression multilinéaire qui est la PLS (Partial Least Square). Des études, parues la dernière décennie, ont montré que cette méthode d'analyse statistique est bien adaptée au traitement des signaux spectrophotométriques (Davies, 2001).

4.1.2.1 Calibration d'un modèle : étalonnage

La régression PLS est une méthode statistique de traitement des données, elle est utilisée dans le cadre de notre projet pour une étape appelée calibration. En effet, la mesure de la concentration du centrat par spectrophotométrie nécessite un étalonnage préalable qui établit un modèle linéaire reliant les données spectrales aux valeurs réelles de concentrations obtenues par la mesure au laboratoire (filtration sur fibre de verre dans notre cas).

Suivant la loi de Beer-Lambert, l'absorption d'un composé est proportionnelle à sa concentration, cette loi définit pour un constituant simple, peut aussi être appliquée dans le cas de mélanges de plusieurs composés, le spectre global pouvant être considéré comme la somme des absorptions de chacun des constituants du mélange.

Le modèle prédictif reliant les valeurs des intensités enregistrées (données spectrales) aux valeurs de références est de type multilinéaire. Il permet de donner une valeur estimée de la concentration réelle du centrat, sous forme d'une combinaison linéaire des intensités enregistrées à différentes longueurs d'ondes.

$$\hat{Y} = b_0 + b_1 X_1 + \dots + b_i X_i + b_p X_p = b_0 + \sum_{i=1}^p b_i X_i$$

Avec :

\hat{Y} = valeur estimée de la concentration.

b_0 = terme constant de la régression.

b_i = coefficients de la régression.

X_i = mesure de l'intensité à la longueur d'onde λ_i .

p = nombre de termes.

Le modèle peut s'écrire sous une forme générale :

$$\begin{aligned}\hat{Y} &= Y + R \\ Y &= X.B + R + B_0\end{aligned}$$

X est la matrice regroupant l'ensemble des données spectrales, elle est appelée aussi matrice des variables explicatives, prédictives ou indépendantes (matrice des absorbances).

Y est la matrice (n,1) regroupant les données de concentrations, elle est aussi appelée matrice des variables à expliquer ou dépendantes.

R est la matrice (n,1) des résidus de la régression

B est la matrice (1,p) des coefficients de la régression.

B_0 est la matrice des biais de calibration.

Pour la mesure de la concentration, les données spectrales obtenues sont regroupées dans une matrice (n, p) avec n le nombre d'individus et p le nombre de variables (longueurs d'ondes) : dans notre cas $p = 256$ et n est généralement supérieur à 10. Il est donc essentiel de traiter ces données avant tout calcul de régression. La méthode PLS effectue ce traitement, elle permet de diminuer fortement le nombre de variables et de choisir celles qui sont les moins corrélées entre elles (c'est à dire celles qui sont susceptibles d'apporter l'information la moins redondante possible). Ces nouvelles variables sélectionnées, sont appelées variables latentes ou composantes de la régression et sont des combinaisons linéaires des variables initiales (longueurs d'ondes). Ces variables latentes permettent de diminuer la dimensionnalité du problème. La méthode PLS est une méthode itérative : à chaque pas, on détermine une variable latente qui est fortement liée à Y. La force de la liaison est mesurée par l'importance de la covariance. Soit une 1^{ère} variable latente T_1 construite telle que $\text{cov}(Y, T_1) = Y^t T_1$ soit maximale. Cette 1^{ère} variable latente est utilisée pour prédire Y tel que $Y = B_1 T_1 + R_1$ (B_1 : vecteur des coefficients, R_1 : vecteur des résidus)

Dans une seconde étape, on détermine une autre variable latente à partir de R_1 (contenant l'information non prédite par le modèle précédent). On réitère l'étape précédente pour trouver T_2 (en maximisant la covariance entre R_1 et T_2) et prédire R_1 tel que $R_1 = B_2 T_2 + R_2$. On obtient alors le modèle : $Y = B_1 T_1 + B_2 T_2 + R_2$

On poursuit la recherche de variables latentes si besoin, en conservant l'idée toutefois qu'un **nombre minimal (optimal) de variables doit mettre fin au processus de réitération.** Ce nombre optimal est déterminé par des méthodes de validation du modèle.

4.1.2.2 Critères de jugement d'une calibration

Un biais ou écart entre les valeurs mesurées et les valeurs prédites peut exister. Les différents critères qui permettent de juger de cet ajustement sont :

- **R²** : coefficient de détermination, il correspond à la part de la variance de la variable dépendante expliquée par le modèle. Des valeurs de R² voisines de 1, indiquent que le modèle explique bien la variable à ajuster.
- **Ecart type de calibration** (ou SEC : Standard Error of Calibration) :

$$SEC = \sqrt{\frac{\sum_i (Y_i - \hat{Y}_i)^2}{n - k - 1}}$$

Avec n : nombre d'individus

k : nombre de variables latentes

Le SEC est l'estimation de l'écart type de l'erreur aléatoire entre les valeurs de références et les valeurs prédites.

Le modèle établi lors de la calibration doit être à présent validé ; différentes méthodes existent :

- Validation croisée Leave One Out

La validation est faite à partir du lot d'individus (centrats de concentrations différentes) utilisé pour la calibration. Un individu est mis de côté et le modèle est construit à l'aide des n-1 individus restants. L'individu écarté sert à valider le modèle obtenu, l'erreur entre la valeur estimée et la valeur réelle est notée $e_1 = \hat{Y}_1 - Y_1$. Cette étape est répétée n fois en décalant l'individu de validation, on obtient alors n erreurs. La qualité du modèle est visualisée grâce à l'écart type de validation croisée (SECV: Standard Error of Cross - Validation), l'objectif étant de minimiser la valeur du SECV.

$$SECV = \sqrt{\frac{\sum_i (Y_i - \hat{Y}_i)^2}{n}}$$

Dans notre cas et en prenant un risque d'erreur de 32% nous avons :

$$\hat{Y}_{\text{estimé}} = Y_{\text{réel}} \pm SECV$$

- Validation par des données n'ayant pas participé à l'étalonnage

La validation est faite ici à l'aide d'un autre jeu de données, obtenues à partir d'un autre lot de centrats. Là encore, il est possible de calculer l'écart dû aux différences entre les valeurs de références et les valeurs prédites (SEP : Standard Error of Prediction).

$$SEP = \sqrt{\frac{\sum_i (Y_i - \hat{Y}_i)^2}{N}}$$

Avec N = nombre d'individus dans le nouveau lot de test.

Les méthodes de validation présentées permettent de définir un nombre de composantes (ou variables latentes) à conserver pour le modèle. Une détermination graphique est possible par le tracé des différents écarts types (Figure 65).

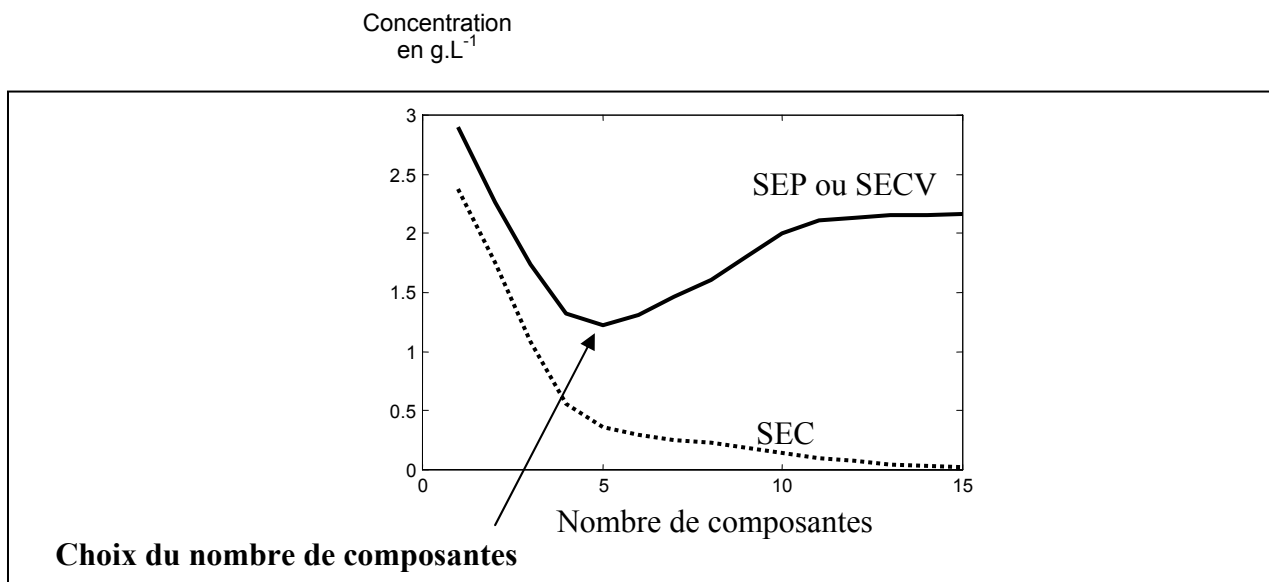


Figure 65 : Courbe de SECV (ou SEP) et SEC en fonction du nombre de composantes

Le nombre de facteurs est choisi au niveau du minimum du SEP ou SECV, plus précisément à l'endroit où les deux courbes s'écartent. Sur la Figure 65, ce nombre est de 5. Au dessus, on parle de sur-ajustement du modèle : le bruit de fond des spectres est alors ajusté. Dans l'autre sens, on parle de sous-ajustement : les interférences entre les variables ne sont pas corrigées. Un nombre minimal de variables latentes rend le modèle plus représentatif et plus explicatif. En effet plus ce nombre est petit moins de facteurs sont générés dans la régression linéaire, d'où l'obtention d'un modèle robuste et simple.

Après cette présentation des méthodes mathématiques pour l'analyse des spectres nous proposons une étude de l'application de cette méthode pour la mesure de la concentration en MES du centrat au niveau laboratoire, ensuite nous passerons à l'étude à l'échelle pilote pour enfin effectuer une étude sur un site réel de production.

4.2 Essais du spectrophotomètre au laboratoire

4.2.1 Banc d'essai :

Nous disposons d'un spectrophotomètre ZEISS, d'une source de lumière (lampe à incandescence couvrant le spectre de 300 à 1100 nm), de fibres optiques pour le guidage de la

lumière vers un boîtier de mesures où est placé l'échantillon et d'un analyseur de spectres. Cet analyseur possède 256 photodiodes réceptrices de 313,27 nm à 1147,10 nm. La résolution sur cette bande spectrale est donc de 3,26 nm.

Le dispositif développé pour les essais au laboratoire est présenté dans la Figure 66.

L'objectif du développement de ce protocole est de :

- Vérifier la pertinence de la mesure
- De tester et retenir des configurations permettant la réalisation d'un appareil en ligne.

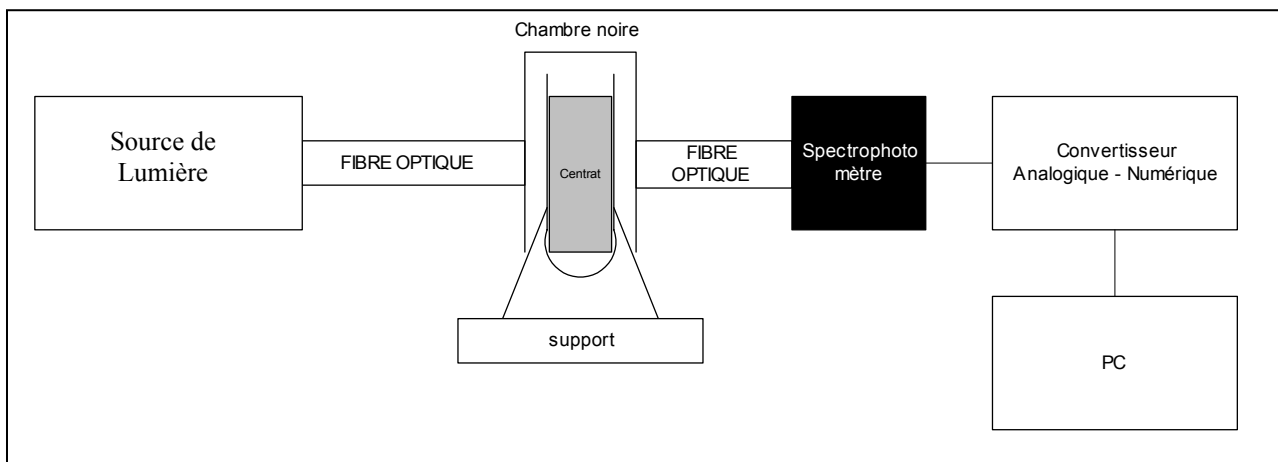


Figure 66 : Dispositif de mesure au laboratoire

4.2.2 Résultats des essais au laboratoire

4.2.2.1 Essais sans agitation

Nous avons préparé des échantillons de concentrations différentes à partir des centrats et des boues collectés sur les sites de Noisy le Grand, de Valenton et d'Achère. La mesure de la concentration s'est effectuée au laboratoire avec le dispositif de filtration sur fibre de verre. Le Tableau 19 présente les résultats des mesures de références.

Tableau 19 : Mesure de référence sur les différents centrats

| N° Echantillon | Concentration (en g.L ⁻¹) | | |
|----------------|---------------------------------------|----------|---------|
| | Noisy | Valenton | Achères |
| 1 | 0,18 | 0,59 | 0,84 |
| 2 | 0,23 | 0,44 | 0,62 |
| 3 | 0,24 | 0,30 | 0,45 |
| 4 | 0,26 | 0,19 | 0,33 |
| 5 | 0,61 | 0,95 | 0,23 |
| 6 | 0,38 | 1,35 | 1,23 |
| 7 | 0,64 | 1,80 | 2,28 |
| 8 | 0,54 | 2,09 | 3,40 |
| 9 | 0,45 | 2,35 | 5,10 |
| 10 | 0,84 | 2,48 | 6,23 |
| 11 | 2,26 | - | - |
| 12 | 3,53 | - | - |
| 13 | 4,03 | - | - |
| 14 | 2,26 | - | - |

Ces échantillons sont préparés pour déterminer la faisabilité de la mesure avec la collaboration du *Cemagref* de Montpellier sur leur pilote au laboratoire.

Nous avons commencé les essais par la mesure de transmission des échantillons 1 et 8 du centrat de Noisy le Grand. La mesure est répétée pour chaque échantillon 10 fois pour estimer la répétabilité de l'enregistrement des spectres. La Figure 67 présentent les spectres enregistrés pour les deux échantillons considérés.

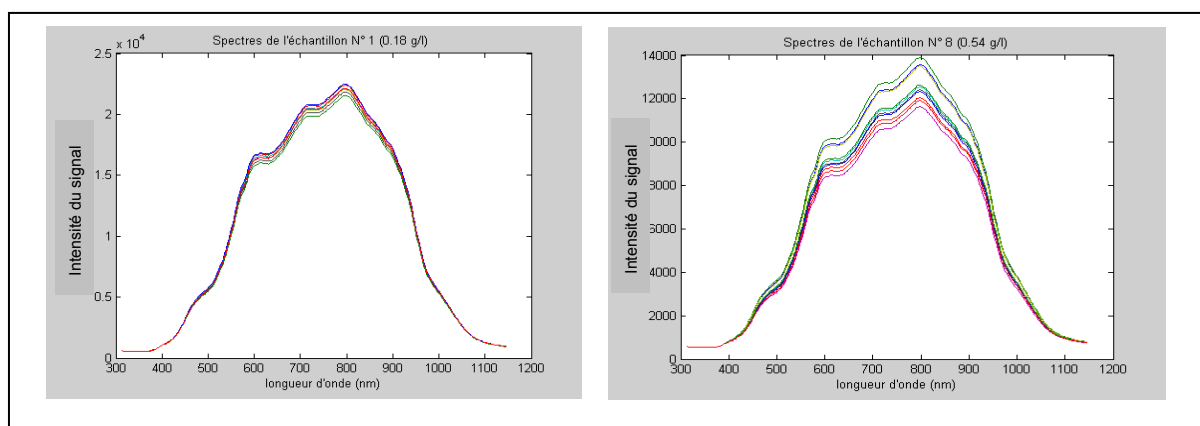


Figure 67 : Spectres obtenus pour les échantillons 1 et 8 sans agitation

Pour l'échantillon 1 de faible concentration, nous n'observons pas une dispersion des spectres, l'enregistrement est parfaitement répétable. Quant à l'échantillon 8, nous notons une dispersion non négligeable des spectres, la mesure n'est pas répétable. Nous interprétons cette dispersion des spectres par une décantation des particules dans le tube au cours des essais. Ainsi nous avons décidé de changer le dispositif de mesure en intégrant un système d'agitation du centrat. L'étude de la décantation des échantillons sera faite plus tard.

4.2.2.2 Mise en place d'un système d'agitation

Ce système présente l'avantage d'obtenir une très faible dispersion des spectres, mais l'inconvénient est la dispersion de la lumière puisque le tube n'est pas en contact avec la fibre optique (Figure 68).

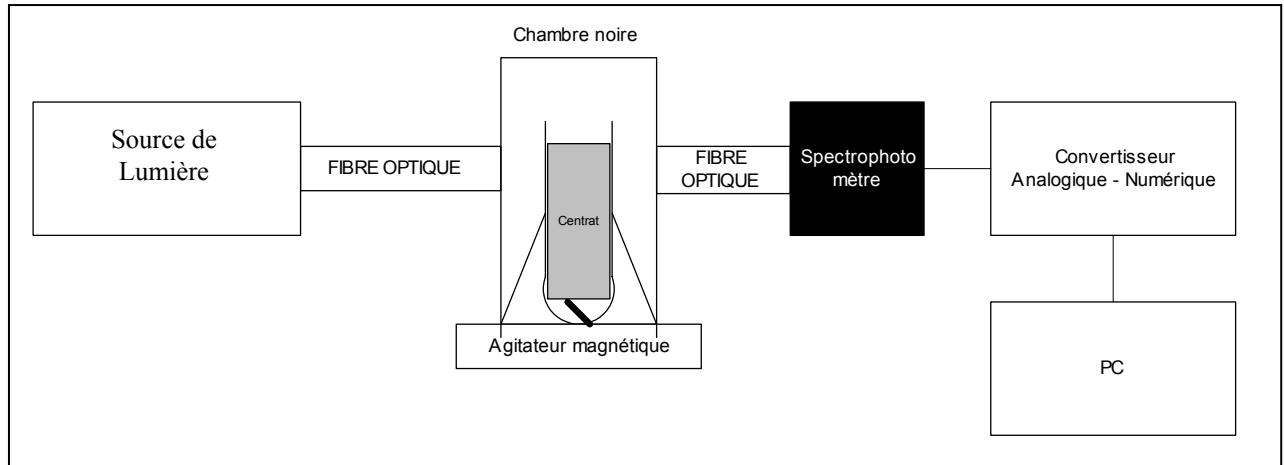


Figure 68 : Schéma de l'installation avec agitateur magnétique

Nous avons refait le même essai avec les échantillons 1 et 8, les résultats sont portés sur la Figure 69.

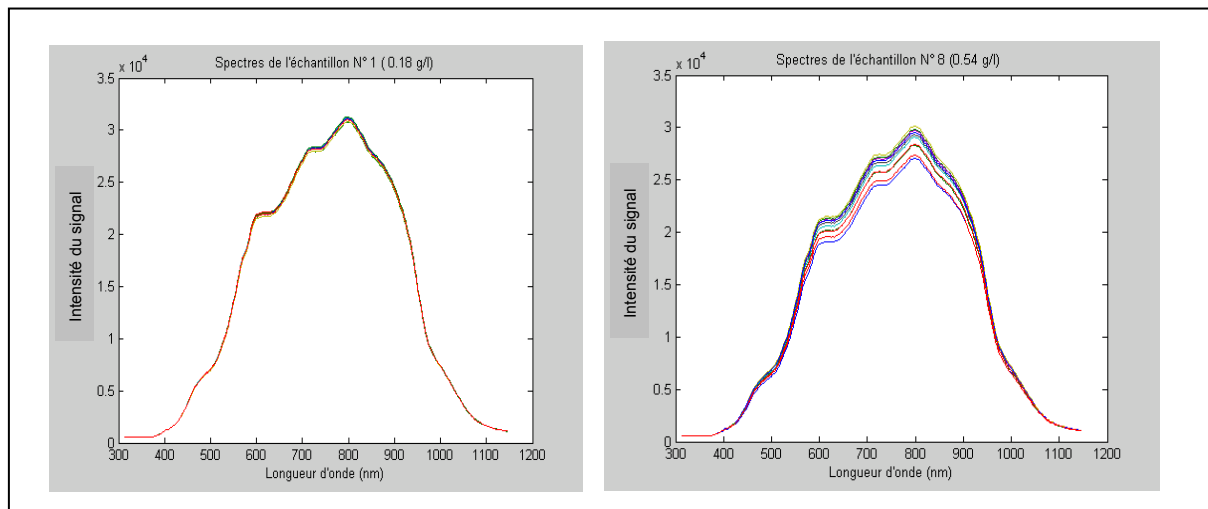


Figure 69 : Spectres obtenus pour les échantillons 4 et 8 avec agitation

L'intensité du signal sur la Figure 69 est plus grande que celui de la Figure 67 puisque nous avons changé le temps d'intégration. La répétabilité de la mesure est sensiblement meilleure que dans le cas précédent. Au cours de tous les essais suivants nous appliquerons ce protocole de mesure.

4.2.2.3 Calibration du modèle PLS : Cas de Noisy le Grand

Nous disposons pour cette calibration de 14 échantillons du centrat de Noisy le Grand (Tableau 19) à des concentrations différentes auxquelles on ajoute un échantillon d'eau déminéralisée pour le point à 0 g.L^{-1} . Pour ces 15 échantillons nous enregistrons 150 spectres (10 répétitions pour chaque échantillon). La Figure 70 présente l'allure des spectres moyens divisés par le temps d'intégration obtenus.

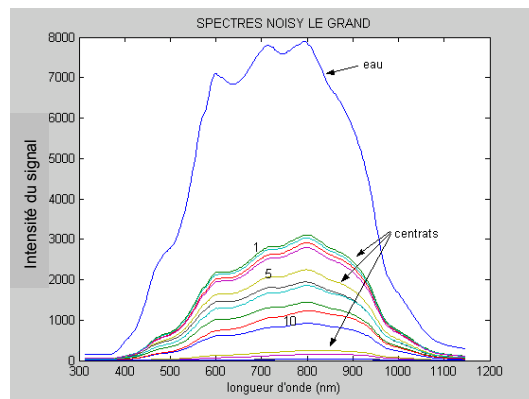


Figure 70 : Spectres obtenus pour les 15 échantillons étudiés

Le spectre de l'eau présente une allure différente de ceux du centrat. Nous remarquons que, plus la concentration augmente, moins l'intensité du signal est importante. A chaque mesure, comme cité dans la partie méthodes, nous ajustons le temps d'intégration afin d'obtenir le maximum d'intensité. La Figure 71 présente les courbes d'intensité du signal divisées par le temps d'intégration des différents centrats en indiquant la concentration dans la légende, ceci facilite la visualisation des résultats.

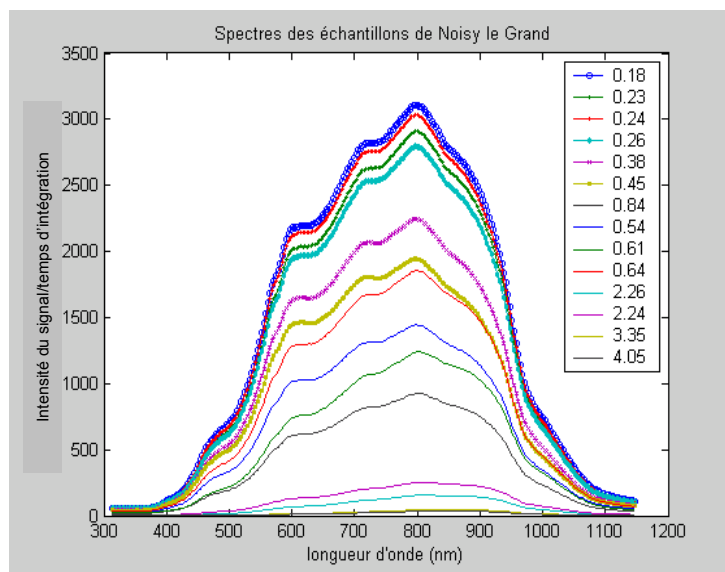


Figure 71 : Spectres enregistrés pour les centrats de Noisy le Grand

La tendance est logique. Plus la concentration augmente plus l'intensité du signal enregistré est faible, sauf pour l'échantillon à $0,64 \text{ g.L}^{-1}$. En effet la courbe de cet échantillon se trouve entre les courbes des échantillons à $0,45 \text{ g.L}^{-1}$ et $0,54 \text{ g.L}^{-1}$, ce qui n'est pas logique. Nous avons recommencé la manipulation et nous avons obtenu le même résultat, une explication peut-être proposée car cet échantillon présente une couleur différente des autres suite aux manipulations successives de dilution et de concentration du centrat initial. Nous avons décidé de garder cet échantillon dans la suite des traitements puisque nous sommes certains de la mesure de référence.

Ici nous disposons de 15 échantillons donc au maximum nous pouvons prendre 15 variables latentes (combinaison linéaire des 256 longueurs d'onde), la PLS nous renvoie automatiquement vers 6 variables latentes, ce qui nous paraît non optimal. Nous nous aidons de la courbe de SECV afin de choisir le nombre optimal de variables latentes (Figure 72).

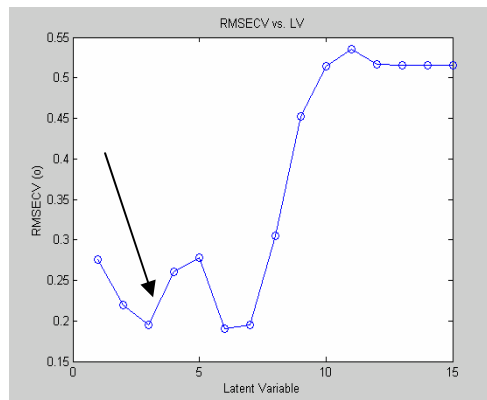


Figure 72 : Evolution de SECV en fonction du nombre de variables latentes

Selon la Figure 72 le SECV passe par un minimum à la variable latente 3. Nous prenons donc cette valeur pour la calibration du modèle. La Figure 73 présente la concentration prédite en fonction de la concentration de référence.

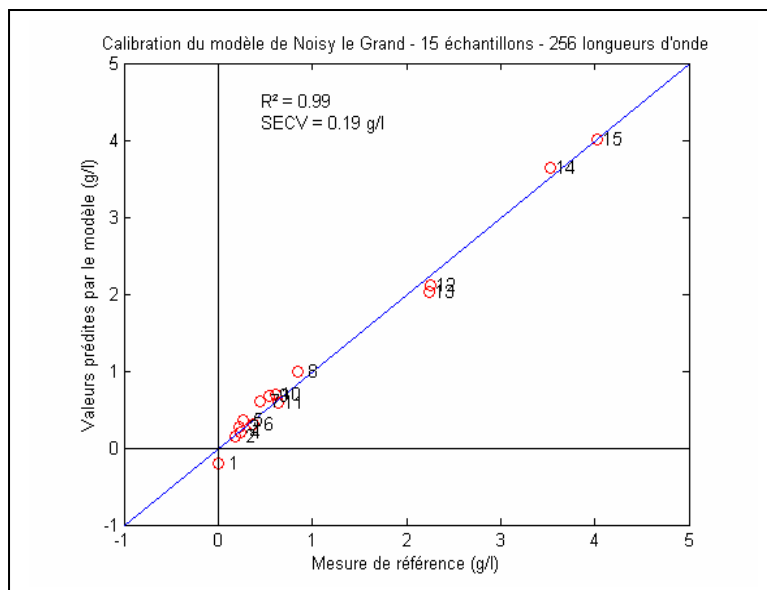


Figure 73 : Droite de prédiction de Noisy le Grand

Nous estimons que 68% de confiance sur ce type de résultat est satisfaisant (erreur de $\pm\sigma$).

Pour cette estimation nous avons $C_{\text{estimée}} = C_{\text{réf}} \pm 0,19 \text{ g.L}^{-1}$

Les 15 spectres obtenus sont ensuite traités selon une méthode de sélection des longueurs d'ondes développée au *Cemagref Montpellier*, dont le principe nous est inconnu. Les résultats de cette sélection de longueur d'onde sont présentés sur la Figure 74. Quatre longueurs d'onde ont été sélectionnées.

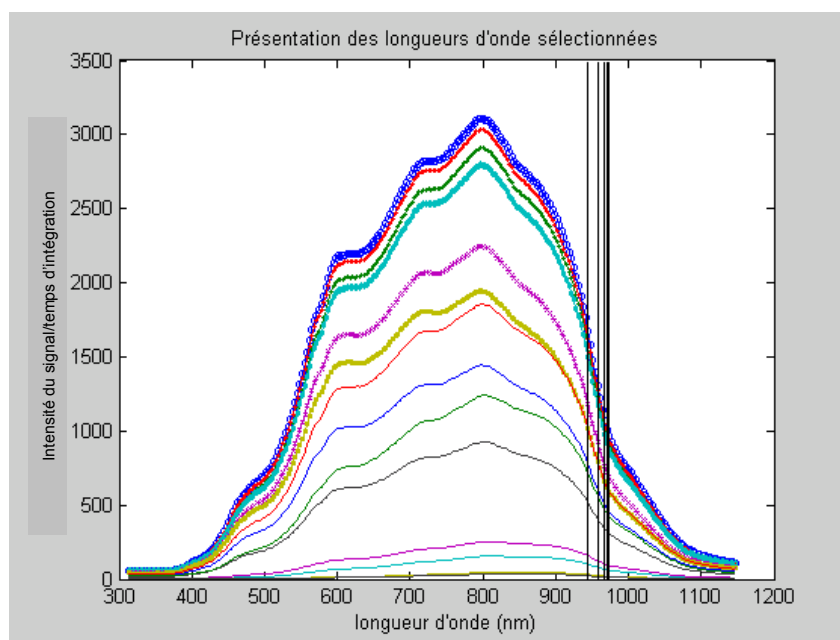


Figure 74 : Présentation des spectres et des longueurs d'onde sélectionnées

Toutes les longueurs d'ondes sélectionnées se trouvent entre 900 et 1000 nm (infrarouge), a priori c'est dans cette gamme que nous avons obtenu l'information la plus robuste.

De la même façon nous avons effectué la calibration d'un modèle PLS pour les 15 échantillons, le résultat est présenté dans la Figure 75 .

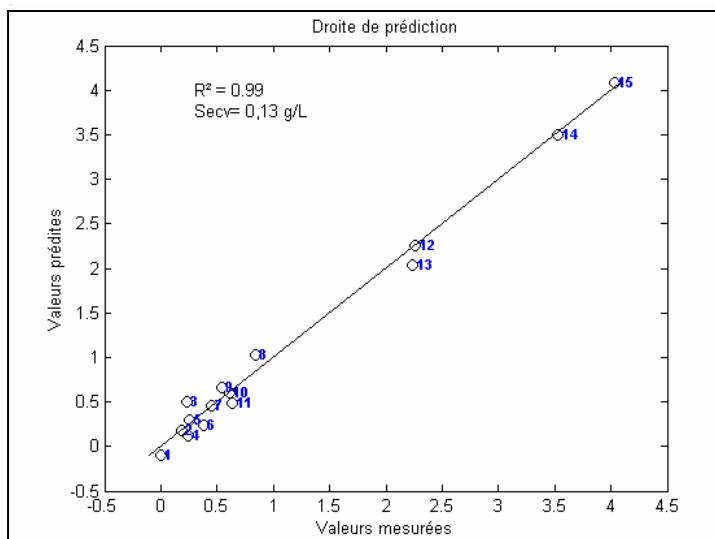


Figure 75 : Calibration du modèle de prédiction de Noisy le Grand avec sélection des longueurs d'onde

La comparaison entre les deux modèles est présentée dans le Tableau 20.

Tableau 20 : Comparaison des deux modèles de Noisy le Grand

| | R ² | SECV |
|--------------------------------|----------------|------|
| Avec 256 longueurs d'onde | 0,99 | 0,19 |
| Avec sélection <i>Cemagref</i> | 0,99 | 0,13 |

Nous remarquons qu'il y a une légère différence dans l'erreur de cross-validation (SECV) entre les deux modèles. Ceci prouve que le fait de réduire le nombre de variables de calibration en sélectionnant les longueurs d'onde robustes améliore le modèle PLS créé.

Ceci pose le problème du nombre de longueur d'onde à garder pour l'apprentissage du modèle PLS, nous allons conclure ceci après l'étude des deux autres centrats.

4.2.2.4 Etude de la validation du modèle de Noisy Le Grand

Nous disposons de 4 échantillons de centrat de Noisy Le Grand provenant d'un lot différent, l'échantillonnage est fait une semaine avant les tests. Ces échantillons ont été congelés puis mis dans un bain-marie à 20°C avant les essais.

Les échantillons ont des concentrations de référence de 0,2 ; 0,31 ; 0,79 et 1,6 g.L⁻¹. Nous avons ajouté dans cette étape de validation un échantillon d'eau pour reproduire la concentration de 0 g.L⁻¹. La Figure 76 présente la relation des valeurs prédites en fonction des concentrations de référence. Le critère d'appréciation est le SEP qui est ici de 0,19 g.L⁻¹ ce qui coïncide avec le SECV calculé lors de la calibration.

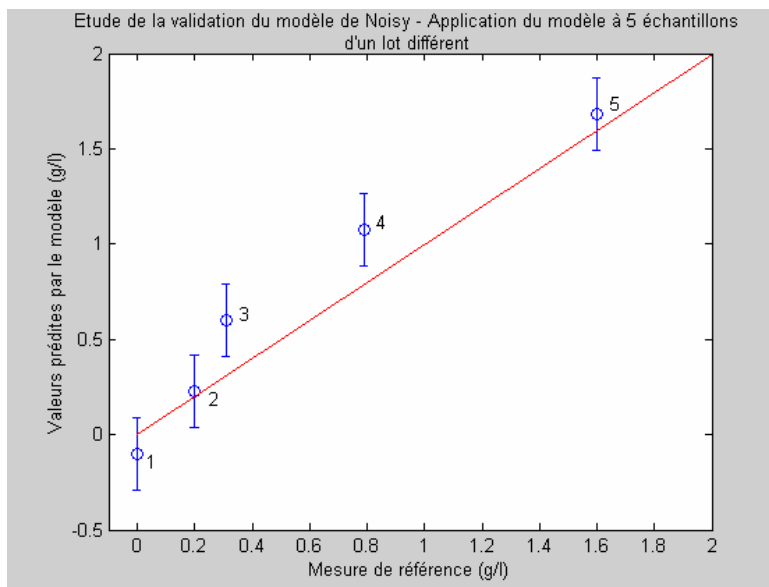


Figure 76 : Validation du modèle PLS de Noisy le Grand

Nous pouvons en conclure que pour cette précision nous avons obtenu avec la méthode PLS un modèle reproductible et validé que nous pourrions utiliser pour estimer la valeur de la concentration des concentrés de Noisy le Grand.

4.2.2.5 Etude de la décantation de l'échantillon 14 ($C = 4 \text{ g.L}^{-1}$) :

Au cours de cet essai nous mettons l'échantillon 14 (4 g.L^{-1}) sous agitation et au temps 0 nous arrêtons l'agitation. Nous enregistrons 10 spectres toutes les 30 secondes sans changer le temps d'intégration. La Figure 77 présente l'évolution des spectres du même échantillon au cours du temps.

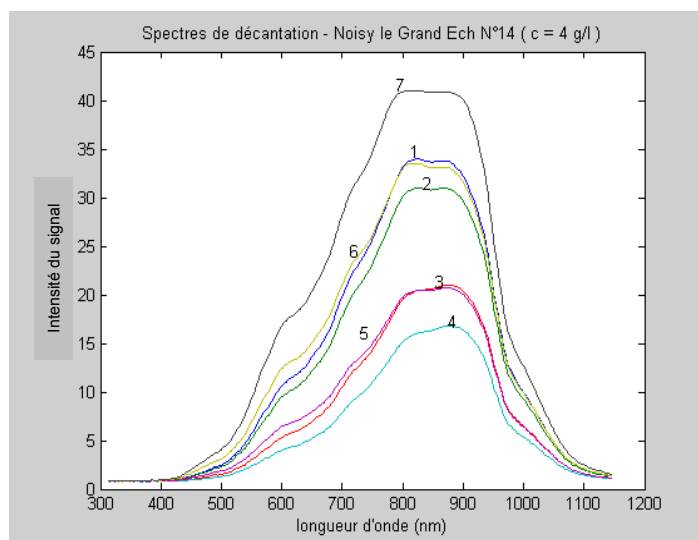


Figure 77 : Evolution des spectres de l'échantillon 14 sans agitation

Nous remarquons que le milieu devient de plus en plus concentré pour s'éclaircir à la fin. Nous pourrions expliquer ceci par la décantation des particules dans la partie éclairée, puis les particules précipitent vers le fond du tube (Figure 78).



Figure 78 : Phénomène de décantation dans le tube à essai

Afin de mieux voir ce qui se passe dans cette zone, nous appliquons le modèle de prédiction calibré précédemment pour prédire les valeurs de la concentration à partir des spectres enregistrés. Le modèle est ici appliqué en dehors de sa gamme de calibration, en effet la calibration s'est effectuée dans la gamme de 0 à 4 g.L⁻¹ et nous avons obtenu ici des prédictions dépassant les 6 g.L⁻¹. Ceci présente sans doute une limite pour le résultat obtenu.

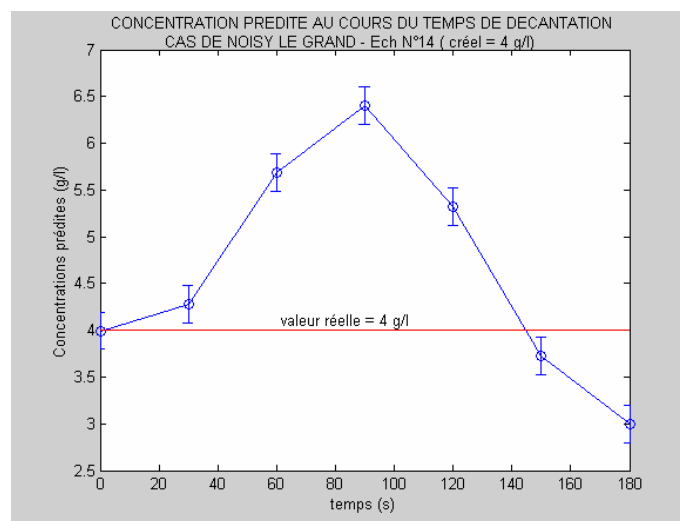


Figure 79: Évolution de la concentration prédite en fonction du temps

Nous remarquons dans la Figure 79 que sous agitation le modèle prédit la vraie valeur de la concentration (au temps t=0), au bout de 30 secondes nous observons une dérive de la concentration prédite due aux phénomènes expliqués plus haut (décantation). La conclusion est que la mesure ne pourra être considérée qu'avec un système d'agitation du centrat, ou doit être faite très rapidement (quelques secondes) pour éviter la décantation des particules.

4.2.2.6 Calibration des modèles de Valenton et d'Achères

Pour les autres échantillons, nous procédons de la même façon que dans le cas de Noisy le Grand. Nous avons effectué le même traitement de calibration d'un modèle PLS pour le centrat de Valenton et ensuite pour le centrat d'Achères. Malheureusement, nous ne disposons pas d'échantillon de validation pour ces deux centrats, nous allons nous contenter de discuter la calibration des modèles en comparaison avec le modèle de Noisy le Grand.

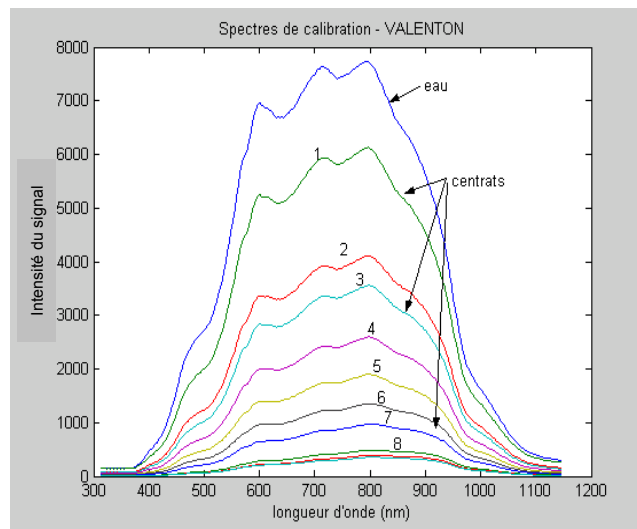


Figure 80 : Spectres obtenus avec les échantillons de Valenton

Le centrat de Valenton est plus clair que celui de Noisy le Grand. Ceci est confirmé par l'allure des spectres présentés dans la Figure 80. En effet, l'amplitude et la forme des spectres sont plus proches du spectre de l'eau. A partir de ces 11 spectres nous avons calibré un modèle de régression linéaire en utilisant la méthode PLS.

La Figure 81 présente respectivement la courbe du SECV en fonction du nombre de variables latentes et la droite obtenue en traçant les valeurs prédites en fonction des valeurs de référence. Le SECV retenu est de $0,14 \text{ g.L}^{-1}$, le modèle est plus précis que dans le cas de Noisy Le Grand. Pour cette estimation nous avons $C_{\text{estimée}} = C_{\text{réf}} \pm 0,14 \text{ g.L}^{-1}$ avec un risque de 32%.

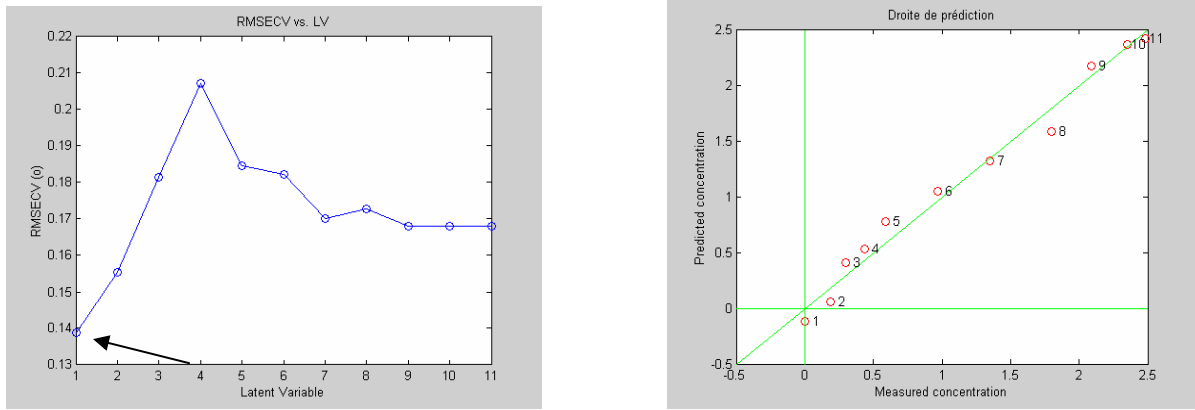


Figure 81 : Choix du nombre de variables latentes et droite de prédiction pour le cas du centrat de Valenton

Pour vérifier encore une fois l'intérêt de la sélection des longueurs d'onde, nous avons demandé aux chercheurs du *Cemagref* de traiter les spectres selon leur propre méthode. La sélection a donné 5 longueurs d'onde qui sont ici : 395,0 ; 411,4 ; 417,9 ; 758,0 et 767,8 nm. La comparaison entre les deux modèles est portée dans le Tableau 21.

Tableau 21 : Comparaison des deux modèles de Valenton

| | R ² | SECV |
|--------------------------------|----------------|------|
| Avec 256 longueurs d'onde | 0,99 | 0,14 |
| Avec sélection <i>Cemagref</i> | 0,98 | 0,11 |

Ce résultat confirme ce qui a été obtenu sur le cas de Noisy le Grand, il y a une légère amélioration du modèle PLS dans le cas de sélection de longueurs d'onde. Nous avons décidé de faire la même analyse pour le centrat d'Achères qui traite des boues de traitement chimiques à l'inverse des deux autres centrats issus de boues de traitement biologique.

La Figure 82 présente les spectres obtenus avec ces échantillons.

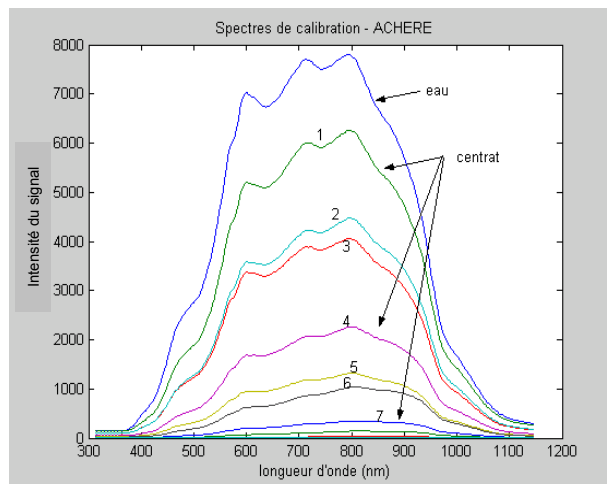


Figure 82 : Spectres obtenus avec les échantillons d'Achères

Le centrat d'Achères est noir pour les fortes concentrations. Nous observons un signal faible à partir de l'échantillon 8 ($3,4 \text{ g.L}^{-1}$). De la même façon que précédemment nous calibrons le modèle par la méthode PLS (Figure 83). Le SECV est de $0,36 \text{ g.L}^{-1}$, ce modèle est moins précis que les deux autres. Nous interprétons ceci par la forte coloration du centrat. Pour cette estimation nous avons $C_{\text{estimée}} = C_{\text{réf}} \pm 0,36 \text{ g.L}^{-1}$.

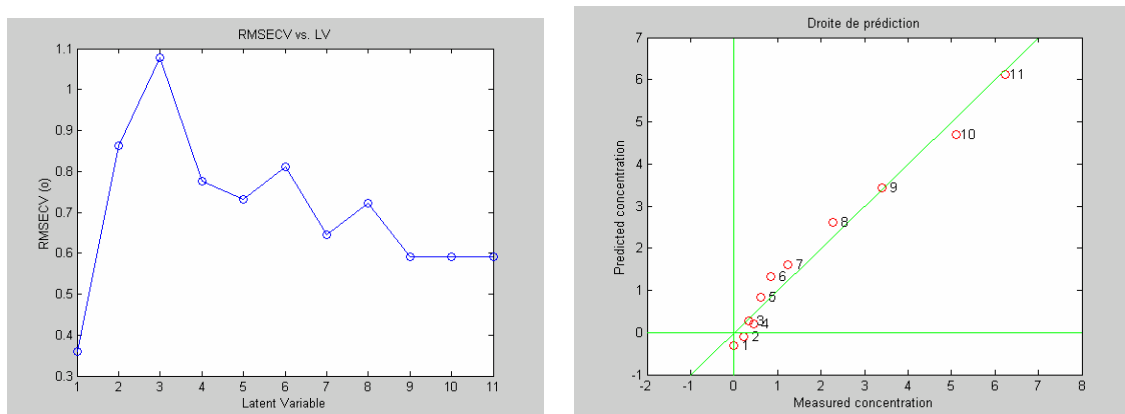


Figure 83 : Choix du nombre de variables latentes et droite de prédiction pour le centrat d'Achères

Nous notons que pour le cas de Valenton et d'Achères une seule variable latente suffit pour prédire les valeurs de concentrations. La calibration du modèle d'Achères selon la méthode de sélection des longueurs d'onde donne les longueurs d'onde suivante : 414,6 ; 1062,1 ; 1134,0 ; 1137,3 et 1143,8 nm. La Figure 84 et le Tableau 22 donnent les résultats de cette calibration.

Tableau 22 : Comparaison des deux modèles d'Achère

| | R^2 | SECV |
|--------------------------------|-------|------|
| Avec 256 longueurs d'onde | 0,99 | 0,36 |
| Avec sélection <i>Cemagref</i> | 0,99 | 0,15 |

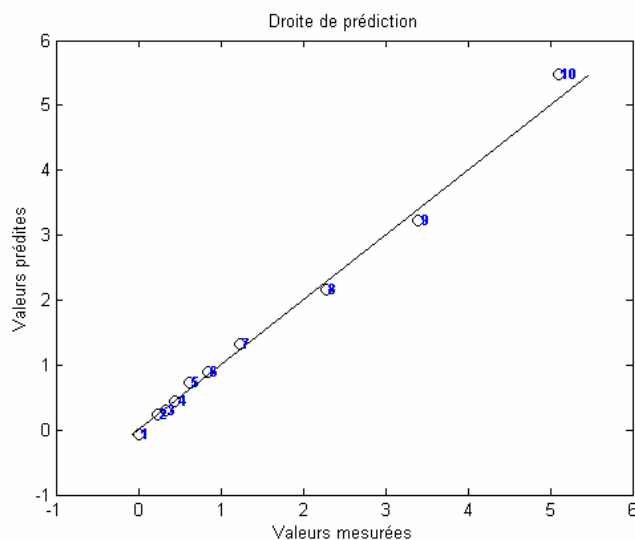


Figure 84 : Résultat de calibration du modèle d’Achère avec sélection des longueurs d’onde
 Avec la méthode de sélection nous passons d’un SECV de 0,36 g.L⁻¹ à un SECV de 0,15 g.L⁻¹.
 Dans ce cas étudié la sélection paraît indispensable pour avoir un bon résultat.

4.2.2.7 Conclusion de l’étude préliminaire de faisabilité de la mesure

Ces tests, effectués avec la collaboration du *Cemagref* de Montpellier, ont permis d’appréhender faisabilité de la mesure de la concentration en matières en suspension de différents centrats. Il en sort quelques points essentiels :

- Le traitement de données choisi est adapté à notre mesure, dans tout ce qui suit nous appliquerons le même algorithme.
- Le système d’agitation est indispensable pour effectuer une mesure robuste.
- La sélection des longueurs d’onde n’est pas indispensable pour obtenir les meilleures performances du modèle PLS. En effet, sur les trois centrats étudiés, seul le cas d’Achères présente un intérêt majeur de l’utilisation de l’algorithme de sélection des longueurs d’onde. Nous avons ainsi décidé d’utiliser la totalité du spectre dans l’étude qui suit.

L’acheminement logique des protocoles impose de créer une chambre de mesure afin de tester les paramètres d’influence de la mesure.

4.2.3 Essais de précision de la mesure spectrophotométrique

Les essais préliminaires ont démontré l'intérêt de ce principe de mesure par spectrophotométrie. Avant de passer en ligne, il nous a semblé utile de déterminer les performances métrologiques de ce principe spectrophotométrique et d'établir les grandeurs d'influence dont la prise en compte doit permettre la conception du dispositif retenu dans la station d'épuration. Pour ces tests, nous avons créé une cellule de mesure. Le cahier des charges que nous avons fixé pour la chambre de mesure devait répondre à certaines contraintes :

- Réaliser une chambre noire parfaitement hermétique à la lumière pour réaliser des mesures précises, pour que les 256 photodiodes du capteur ne reçoivent que la lumière transmise à travers le produit,
- Pouvoir insérer un tube à essai de diamètre 10 mm dans le boîtier de mesure,
- Pouvoir changer le tube de position (l'avancer ou le reculer près des sources émettrices ou réceptrices),
- Pouvoir changer les distances de la source.

Les détails de ce pilote de laboratoire se trouvent en annexe 11.

Nous disposons dans le module de mesure de quatre degrés de liberté, dont les effets qui peuvent être étudiés sont :

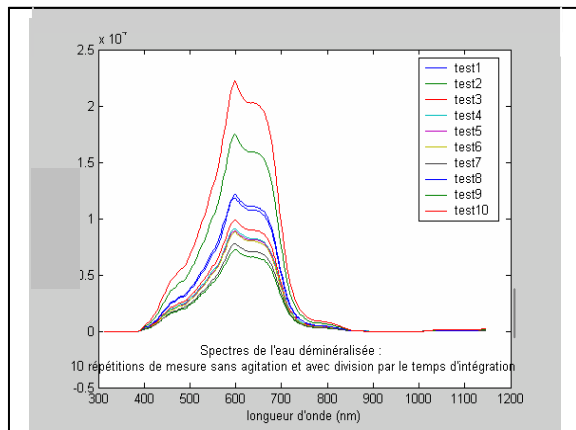
- Effet de l'inclinaison du tube par rapport au trajet optique,
- Effet de la position du capteur (tête de mesure) (influence de la position relative capteur, produit et des conditions d'environnement).
- Effet de la position du tube (influence de la position relative capteur, produit).
- Effet de la position de la source de lumière (influence de la position relative capteur, produit).

Tous ces tests ont été réalisés avec de l'eau déminéralisée, l'objectif de ces tests étant de déterminer les conditions optimales de mesure, surtout au niveau des distances à respecter pour obtenir un maximum de transmission. L'utilisation de l'eau pour ces tests est justifiée par le fait que nous ne voulons pas avoir d'autres paramètres d'influence à part ceux étudiés (taille des particules, distribution de la suspension... etc).

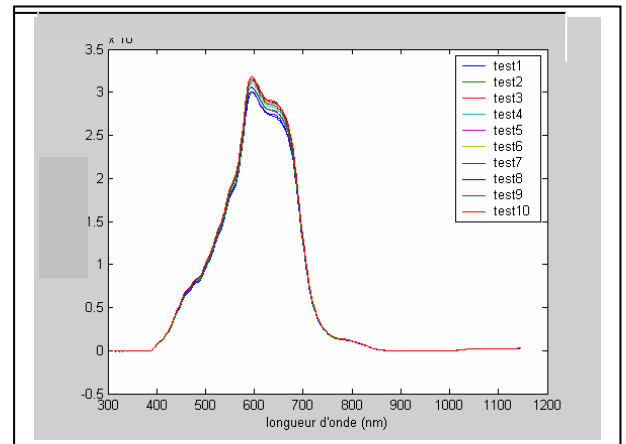
4.2.3.1 Effet de l'inclinaison du tube par rapport au trajet optique

Une des premières choses à tester était la sensibilité de la position du tube, autrement dit : Si le tube bouge pendant une manipulation, les informations recueillies seront-elles fiables ou non ?

Plusieurs tests ont été faits en modifiant l'angle d'inclinaison du tube. Après chaque mesure le tube à essai étant vidé, nettoyé et rempli par de l'eau déminéralisée de même origine que la précédente. La Figure 85 présente l'ensemble des résultats obtenus au cours de ces tests.



Spectres de l'eau déminéralisée en inclinant aléatoirement le tube par rapport à sa précédente position avec 10 échantillons différents.



Spectres de l'eau déminéralisée en maintenant le tube dans la même position avec 10 échantillons différents.

Figure 85 : Évolution des spectres enregistrés selon la position du tube de mesure

La forme des spectres obtenus avec de l'eau déminéralisée est différente de celle obtenue au *Cemagref* (Figure 64). En effet la source utilisée pour les essais à l'ENSIA est de type halogène dont le spectre va de 400 à 850 nm et la puissance est de 100 Watts, ce qui est différent de la lampe utilisée au *Cemagref* dont le spectre va plus loin dans l'infrarouge jusqu'à une longueur d'onde de 1100 nm.

La position du tube influe significativement les signaux reçus par le capteur. Ceci est dû au trajet optique de la lumière et aussi à l'épaisseur traversée qui augmente. S'il n'arrive pas perpendiculairement sur la surface externe du tube, ce rayon est en partie dévié. Les informations sont donc inexactes et pas exploitables.

Nous avons donc mis en place une cale en mousse pour bloquer le tube dans la même position pour le reste des essais. Pour effectuer des mesures en ligne, il faut s'assurer que le flux soit continu et ne subisse aucune déformation.

4.2.3.2 Effet de la position du capteur

Nous avons réalisé ce test en comparant les spectres d'un même échantillon d'eau déminéralisée tout en avançant le capteur, dans le sens du trajet optique, avec un pas de 10 mm à partir de la paroi du boîtier. Nous enregistrons 10 spectres à chaque mesure. La Figure 86 présente la moyenne des spectres obtenus pour les positions de 0 et 10 mm.

Comme présenté sur la Figure 86, nous n'avons pu effectuer que deux mesures, car après avoir avancé le capteur de plus de 10 mm, nous avons observé une saturation du signal.

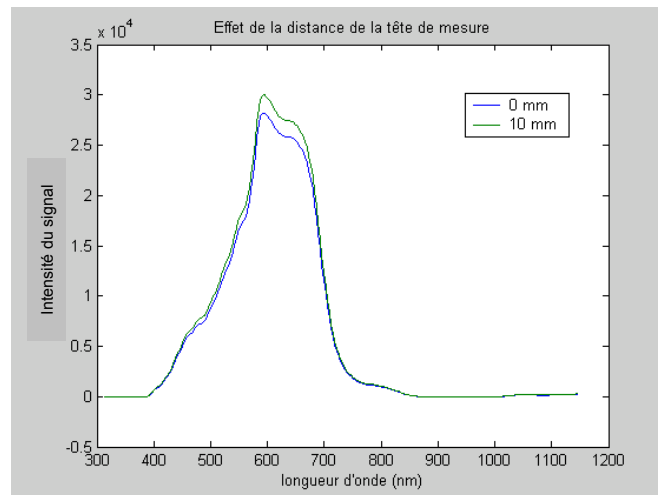


Figure 86 : Évolution des spectres selon la position du capteur

L'optimum de mesure consiste à situer la tête du capteur à 45 mm du centre du tube à essai c'est à dire à 10 mm du bord du boîtier, c'est à cette distance que nous avons observé le maximum de transmission sans saturation.

4.2.3.3 Effet de la position de la source lumineuse

Nous avons réalisé ce test en comparant un même échantillon d'eau déminéralisée et en avançant la source de lumière, dans le sens du trajet optique, avec un pas de 5 mm. Nous avons obtenu 6 mesures en tenant compte des limitations par le dimensionnement du module de mesure.

La distance est déterminée à partir du bord du module. Nous avons muni le tube contenant le guide de lumière d'une fixation par une vis qui empêche la fibre de bouger au cours de la mesure. Ces précautions ont été nécessaires puisque nous avons observé une variation aléatoire des spectres dans le cas où nous ne mettons pas cette vis de fixation (le flux de lumière bouge).

Au cours de tous ces essais l'intensité de lumière a été gardée constante (100 Watts). En effet au minimum d'intensité de notre système optique nous observons un maximum de

transmission. Si nous augmentons l'intensité de la source halogène nous saturons les photodiodes ce qui rend la mesure insignifiante. Nous enregistrons 10 spectres à chaque changement de distance de la source de lumière. La Figure 87 illustre le résultat obtenu au cours de cet essai.

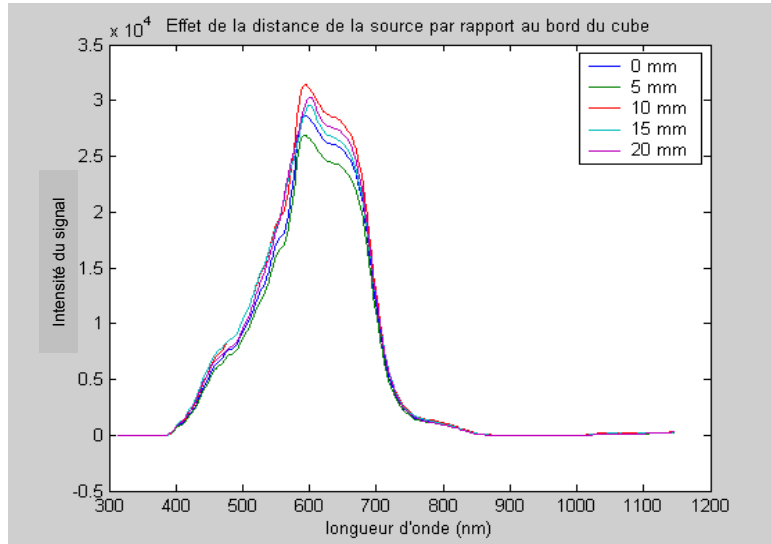


Figure 87 : Évolution des spectres selon la position de la source de lumière

C'est lorsque la source lumineuse se situe à 10 mm du bord de la boîte de mesure que nous avons observé le maximum de signal. La distance de 10 mm du bord présente une distance de 35 mm entre le centre de l'échantillon et la source halogène.

4.2.3.4 Effet de la position du tube à essai

Nous avons déplacé le tube suivant les 5 positions possibles dans le module (annexe 11) pour observer l'influence sur la mesure. Ces positions ont été créées dans le boîtier de mesure par des trous dans le fond de la boîte. Ces trous sont aussi munis d'une cale en mousse pour empêcher le tube de bouger. Nous enregistrons 10 spectres à chaque mesure. Une mesure étant un changement de position du tube. La Figure 88 illustre le résultat de cette expérience.

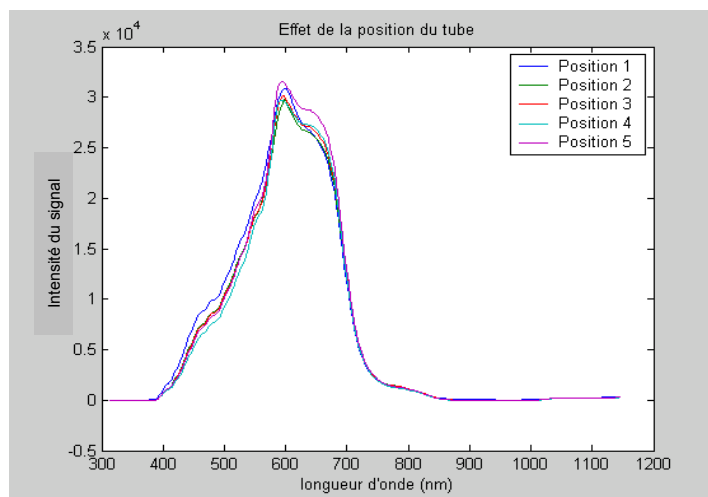


Figure 88 : Évolution des spectres selon la position du tube

Le maximum du signal est obtenu à la position 5, c'est-à-dire à une distance de 35 mm de la source de lumière, ce qui confirme le résultat obtenu dans la dernière série de mesure. A partir de ces tests nous avons défini un optimum de mesure pour le placement du tube à essai, de la source de lumière et de la tête du spectrophotomètre Zeiss.

4.2.3.5 Conclusion sur la précision de la mesure spectrophotométrique

Nous avons fait tous les essais laboratoires en maintenant les conditions opératoires, ces conditions où nous avons observé un maximum de l'intensité du signal en sortie du spectrophotomètre. La Figure 89 résume les distances à respecter.

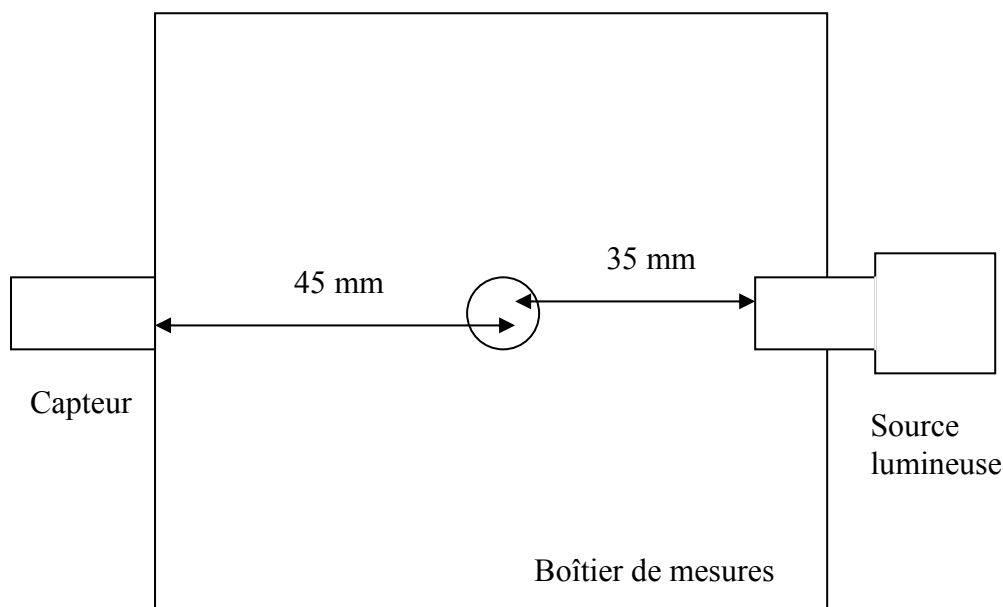


Figure 89 : Distances à respecter afin d'obtenir le maximum de transmission

Nous avons ainsi conduit des tests de reproductibilité et de répétabilité des mesures avec ces consignes de distances. Sans expliquer le détail des tests nous avons prouvé que la mesure est

fiable dès que ces différents paramètres sont fixes. Ces distances optimales vont servir à la conception de l'appareillage de mesure en ligne. En effet, dans la chambre de mesure du skid en ligne, nous respecterons les mêmes distances. La buse d'injection sera d'un diamètre de 10 mm pour être conforme à la dimension du tube à essai.

4.3 Installation en ligne

4.3.1 Développement du skid, origine de l'idée

La difficulté de réalisation d'une mesure optique avec contact du centrât a amené en 1993 le service R&D de Guinard Centrifugation à développer le « skid centrât ». Le principe repose sur un écoulement libre du centrât pour tester différents appareils de mesure. Nous avons mis l'accent tout au long de ce document sur les différents intérêts de faire une mesure sans contact avec le centrât. Il s'agit de créer un flux continu du produit au passage d'une buse cylindrique. Les premiers essais en écoulement ont montré que les bulles d'air présentent une limite pour la continuité du flux du liquide, c'est ainsi qu'un système de dégazage du produit a été conçu.

Pour les besoins de notre recherche, l'idée de cet appareil a été reprise et adaptée. Les éléments d'adaptation les plus importants sont :

- La taille de la buse d'injection : Au cours de la création du pilote, les services Guinard n'ont pas pensé à un système de changement de la buse d'injection. Nous avons changé le système d'installation de la buse pour la rendre démontable, ceci nous permettra au cas de besoin d'étudier l'influence du diamètre du jet sur la mesure. Nous pouvons aussi penser à étudier des jets de différentes formes.
- La hauteur du support capteur : Nous avons aussi changé les supports fixes par des supports mobiles nous permettant de modifier la hauteur de l'installation des capteurs.
- Le point d'injection du centrât : Selon la construction d'origine, nous ne pouvions injecter le centrât que par le haut de la colonne. Nous avons modifié cette configuration en équipant la cuve par des vannes d'injections à différents niveaux.

Les éléments de conception sont :

- Pilote de petite taille pouvant être installé sur n'importe quelle station d'épuration.
- Le système de dégazage doit laisser un temps de séjour du centrât dans le skid le plus court possible.
- Le centrât ne doit pas perdre de la matière dans le skid.

- L'appareil doit résister à des conditions extrêmes d'utilisation : résistance à l'eau, au soufre, à la poussière ...etc

Le pilote est composé par une enceinte de dégazage avec deux ouvertures, une en haut permettant le pompage du centrat en sortie de la centrifugeuse et une en bas pour l'évacuation du centrat dégazé. Le centrat arrive vers une boîte de mesure dans laquelle sont installés une buse de Ø 1 cm et un entonnoir pour la collecte du produit.

La Figure 90 présente un schéma simplifié de la chambre de mesure.

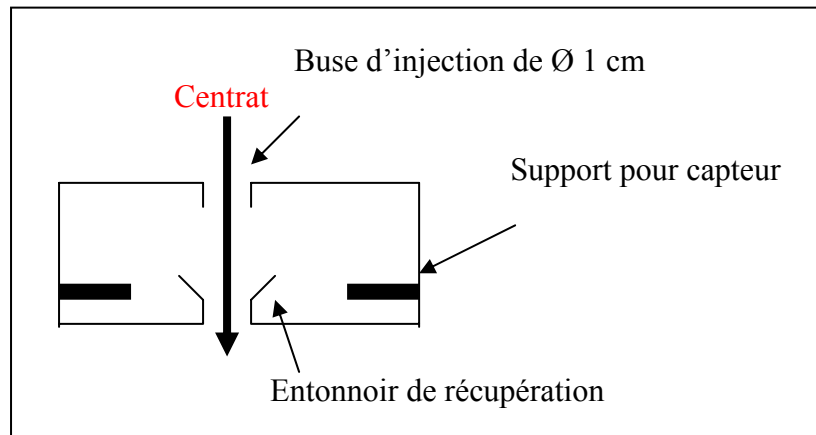


Figure 90 : Représentation de la chambre de mesure

Disposons d'un capteur approprié, et selon ce principe nous pouvons effectuer une mesure sans contact sur le centrat. Ce type de dispositif est adapté pour l'utilisation des capteurs optiques, mais rien ne nous empêche d'installer d'autres types de capteurs.

La Figure 91 regroupe les principales dimensions du skid entier. Les flèches en gras sur les Figure 90 et la Figure 91 présentent le chemin suivi par le centrat dans les différents compartiments du skid.

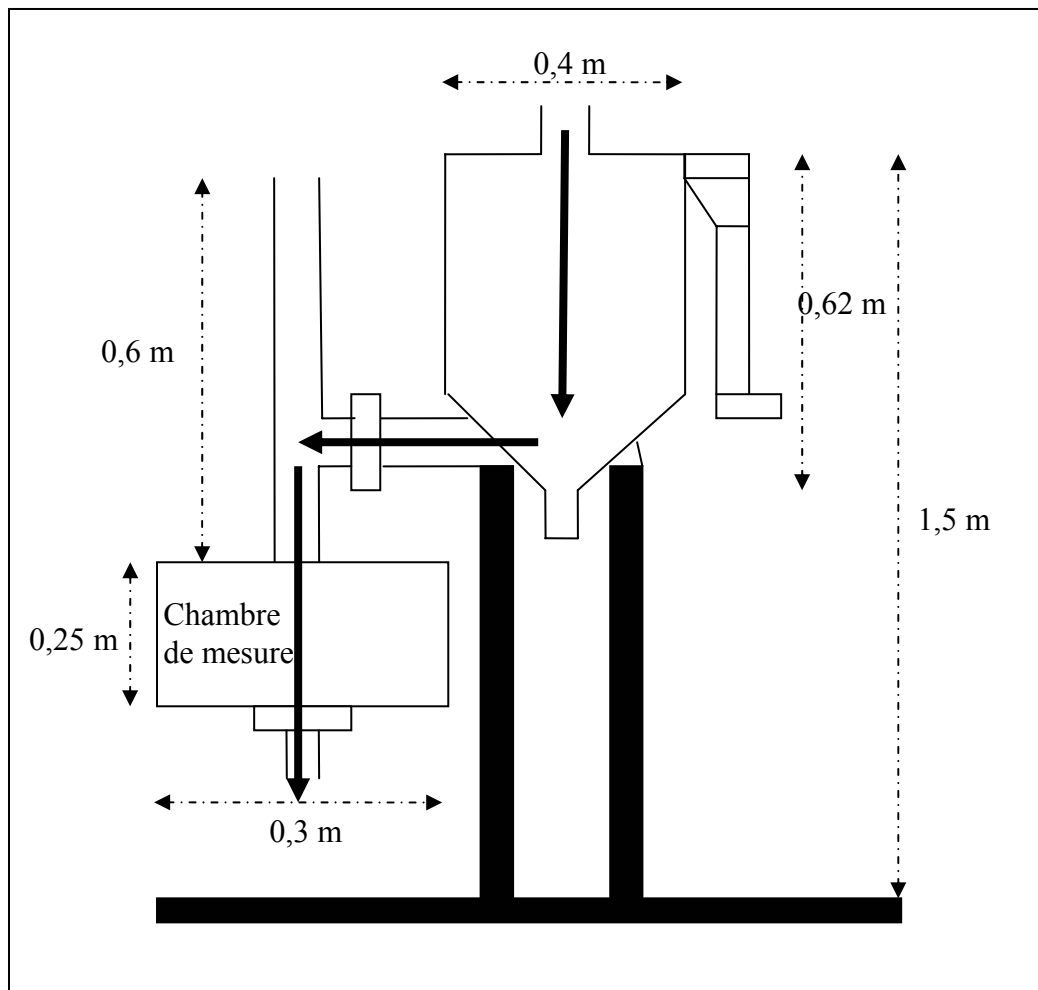


Figure 91 : Dimensionnement du pilote « skid centré »

La Figure 92 est une photographie de l'adaptation de la chambre de mesure dans le cas de l'utilisation du capteur spectrophotométrique. Le couvercle est enlevé pour prendre la photographie, nous le remettons pour les essais à suivre (pour avoir une chambre noire).

Les distances optimales entre la source de lumière et le centrat et entre le capteur et le centrat seront déterminées par extrapolation des résultats obtenus au laboratoire sur le petit module développé.

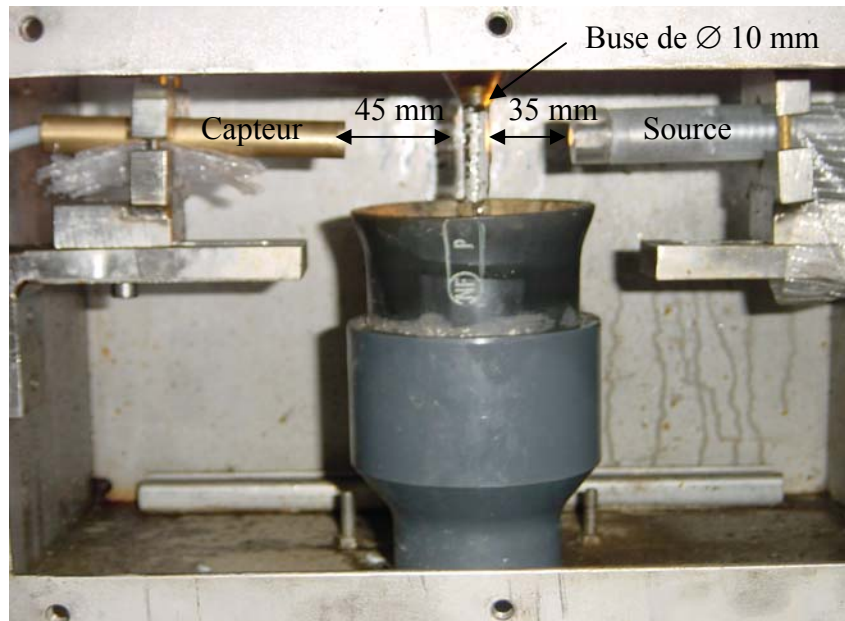


Figure 92 : Adaptation du skid centré pour la mesure du spectrophotomètre

4.3.2 Résultats des essais pilote

4.3.2.1 Configuration de la chambre de mesure

Avant de réaliser des études sur site, nous avons simulé, en halle pilote, les conditions de la station d'épuration de Châteauroux. Nous avons fait des tests à la Halle technologique de l'ENSIA afin de déterminer la faisabilité de la mesure spectrophotométrique en écoulement. L'objectif est la mesure en ligne du taux de matières en suspension dans le centré avec une technique sans contact. Les distances entre la source, le capteur et le centré en écoulement sont tirées des résultats d'expérimentation sur la cellule de mesure au laboratoire. L'extrapolation a été aisée puisque nous avons conservé la même configuration que dans la cellule, la seule différence étant l'absence du tube à essai dans notre skid de mesure. La Figure 92 présente la configuration dans la chambre de mesure du skid centré. Dans le skid la mesure s'effectue sur un jet de centré en écoulement libre, il n'y a pas de contact entre le produit et le capteur.

4.3.2.2 Essais à l'air

Avant de commencer les essais sur les liquides en écoulement, nous avons effectué des mesures à vide. Après installation de l'appareil nous avons enregistré dix spectres espacés de 20 minutes afin de vérifier s'il n'y a pas d'autres facteurs qui influent sur la mesure. La Figure 93 présente les résultats des dix spectres enregistrés.

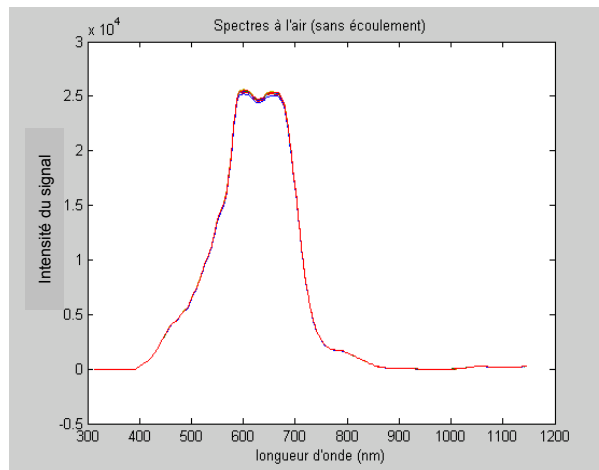


Figure 93 : Résultats des tests à l'air dans le skid centré

Les dix spectres sont parfaitement superposés et non discernables. Après ce résultat rassurant nous sommes passés aux tests sur des liquides en écoulement, en commençant par des mesures à l'eau puis avec des centrats de concentrations différentes.

4.3.2.3 Essais à l'eau

Cette série de test a été effectuée avec de l'eau de ville, elle visait à déterminer la répétabilité de la mesure en ligne. Pour cela, nous avons effectué, pendant une longue période, une circulation en continu de l'eau dans le skid centré, en enregistrant les spectres toutes les 20 minutes.

Nous n'avons remarqué aucun changement du diamètre du flux qui est resté constant durant tout le test. Le niveau dans la cuve tampon a été fixé à 10 litres afin de bien gérer la charge hydraulique qui s'impose sur la buse d'injection. La Figure 94 présente l'allure des courbes enregistrées.

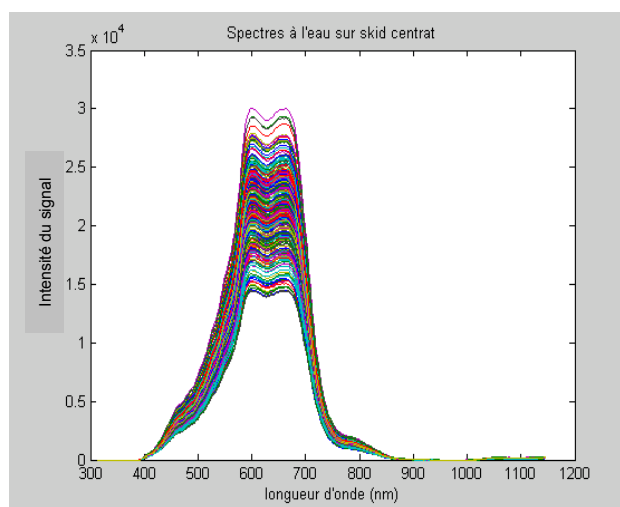


Figure 94 : Spectres de l'eau de ville

Ici nous avons une grande dispersion des spectres. La différence entre le plus petit et le plus grand des spectres est de $1,5 \cdot 10^4$ unités d'intensité, ce qui est excessif comparé aux tests préliminaires au laboratoire. Au cours de ces tests, nous avons remarqué une grande vibration du pilote due essentiellement à la pompe de circulation des produits, ces vibrations entraînent des oscillations du flux du liquide. Nous avons ainsi décidé de monter le pilote sur des cales en mousse afin de limiter ces vibrations. La Figure 95 présente le résultat des enregistrements des spectres de l'air (10 spectres) et ceux de l'eau (100 spectres) avec ce nouveau système.

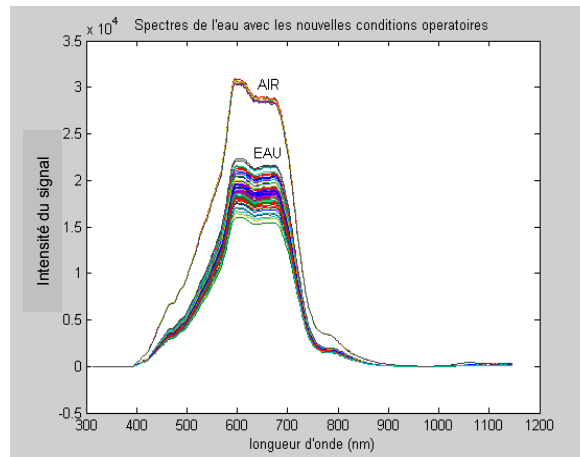


Figure 95 : Enregistrement des spectres de l'air et de l'eau (pilote monté sur mousses)

Pour les mesures à l'air nous n'avons observé aucun problème, dans ces conditions la pompe de circulation est à l'arrêt. Quand nous mettons la pompe en route, nous avons encore observé des vibrations dans le système mais très atténuées par rapport au premier test. La dispersion ici est de $0,5 \cdot 10^4$ unités d'intensité ce qui est satisfaisant.

4.3.2.4 Essais avec du centrat

Nous avons préparé 15 échantillons de centrat de concentrations différentes à partir de 50L de centrat de la station de Noisy le Grand et 5L de boues d'entrée centrifugeuse. Les différents échantillons sont obtenus en diluant ou en concentrant le centrat initial.

La Figure 96 est une photo des 15 échantillons, nous avons noté la concentration de chaque échantillon sur le couvercle afin de pouvoir visualiser la différence de coloration entre les échantillons.

Les cinq échantillons dont la concentration est notée en gras seront gardés pour la validation du modèle, les 10 autres échantillons sont utilisés pour la calibration.



Figure 96 : Photo des échantillons fabriqués pour l'essai

L'évolution des spectres des différents échantillons présentée sur la Figure 97 paraît logique : moins l'échantillon est concentré plus le signal enregistré est grand. Nous n'avons remarqué aucune anomalie dans l'enregistrement des spectres.

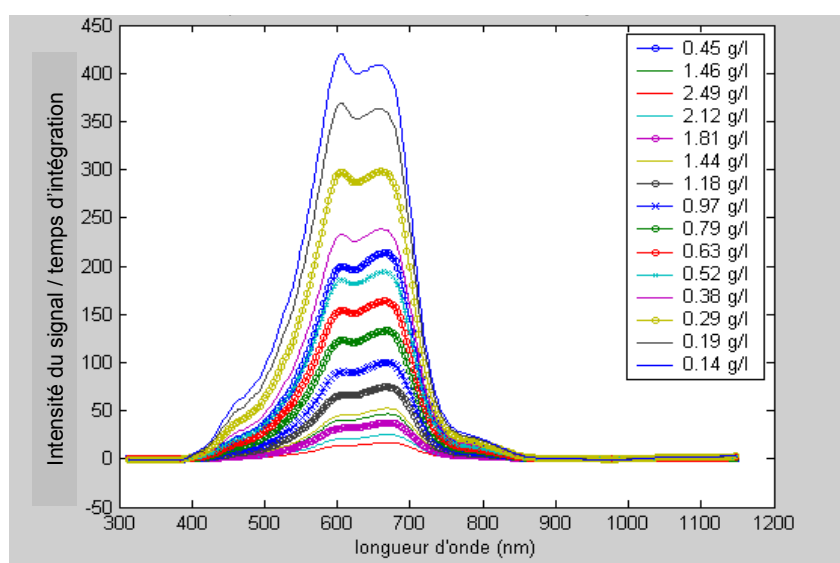


Figure 97 : Spectres enregistrés pour les différents échantillons de centré

La calibration du modèle donne une corrélation de 97% en utilisant 3 variables latentes, ce qui est en accord avec les résultats obtenus lors des essais préliminaires au *Cemagref* de Montpellier. L'erreur standard de calibration (SECV) est de $0,22 \text{ g.L}^{-1}$ ce qui est légèrement supérieur au $0,19 \text{ g.L}^{-1}$ obtenue au laboratoire, mais ceci reste acceptable compte tenu de la précision que nous recherchons (de l'ordre de $0,20 \text{ g.L}^{-1}$ avec un niveau de confiance de 68%). Le Tableau 23 présente une comparaison entre les essais sur le module laboratoire et ceux sur pilote.

Tableau 23 : Comparaison entre les essais au laboratoire et les essais sur skid

| | Nombre d'échantillons de calibration | SECV | R ² |
|------------------------|--------------------------------------|------|----------------|
| Essais <i>Cemagref</i> | 15 | 0,19 | 0,99 |
| Skid centrat | 10 | 0,22 | 0,97 |

La Figure 98 présente la corrélation entre les valeurs prédites par le modèle PLS et les valeurs réelles de concentration.

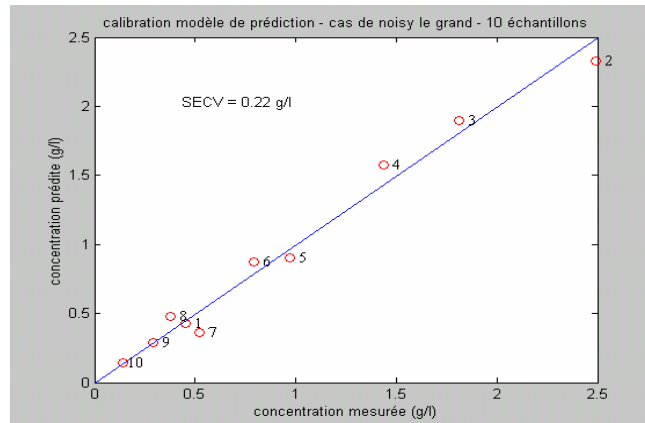


Figure 98 : Corrélation entre la concentration réelle et la concentration prédite pour les 10 échantillons de calibration

Les cinq autres échantillons dont la concentration est marquée en gras sur la Figure 96 sont utilisés pour la validation du modèle. La Figure 99 présente la relation entre les valeurs prédites et les valeurs réelles de concentration pour ces 5 échantillons. L'erreur de prédiction est de 0,21 g.L⁻¹, ce qui est en accord avec les résultats de calibration.

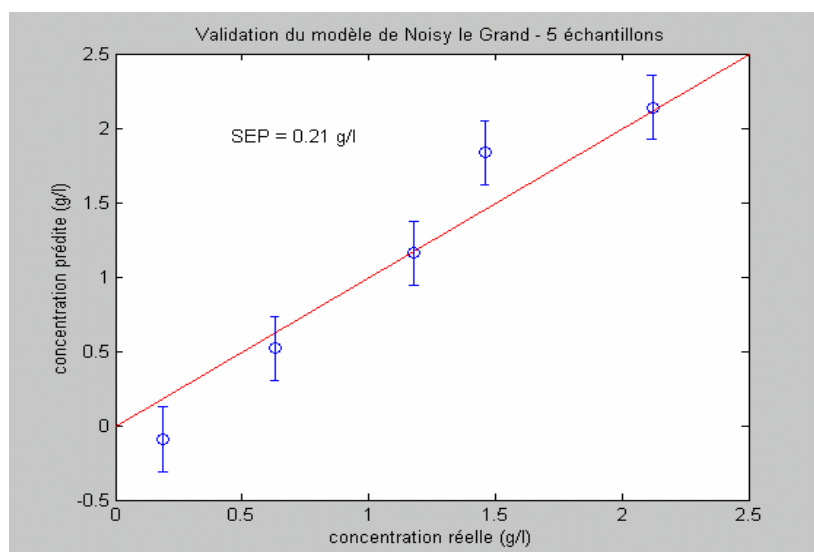


Figure 99 : Corrélation entre la concentration réelle et la concentration prédite pour les 5 échantillons de validation.

Ces résultats très encourageants obtenus sur skid au laboratoire sont convaincants et permettent de conduire des essais sur un site de production. Le site choisi est celui de Châteauroux de par la facilité d'installation du skid centrat sur ce site et la proximité de la station d'épuration de l'usine Guinard.

4.3.3 Résultats des essais sur site

4.3.3.1 Conduites des essais et résultats bruts

Le skid centrat est installé sur une dérivation du centrat après le pot de dégazage. Le débit de la pompe est fixé de telle sorte à avoir un niveau liquide dans la cuve tampon constant. Ceci dépend la taille de la buse (nous avons utilisé ici une buse de 10 mm), de la quantité de mousse générée et de la concentration en matières en suspension du centrat.

Plusieurs essais préliminaires ont été effectués afin de fixer les conditions optimales de fonctionnement du skid, le débit de la pompe est ajusté de telle sorte à avoir une hauteur de liquide dans la cuve tampon de 40 cm. C'est à cette hauteur que nous avons obtenu l'écoulement le plus stable possible (forme du jet, vitesse du liquide ... etc).

Nous avons enregistré au cours de deux semaines d'essai, 61 points de mesures dont les spectres moyens sont présentés dans la Figure 100. Les mesures de concentration des différents échantillons ont été effectuées sur le site, juste après l'enregistrement du spectre correspondant à l'échantillon, afin d'éviter une évolution possible du produit. Vue la grande taille du fichier enregistré nous avons effectué un filtrage des données en nous débarrassant des débuts et des fins de spectres, ce choix est arbitraire, et est justifié par l'élimination des valeurs de transmission nulles et les parties du spectre pouvant présenter des bruits non négligeables. Nous avons gardé en tout 81 longueurs d'onde de 506,20 nm à 767,80 nm avec une résolution spectrale de 3,27 nm.

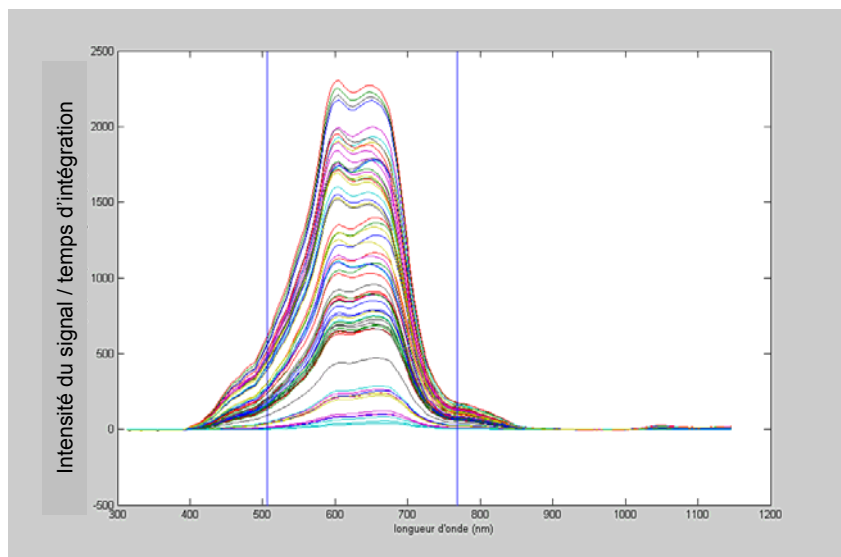


Figure 100 : Enregistrement des spectres au cours des essais en ligne

La distribution des concentrations obtenues au laboratoire est présentée dans la Figure 101.

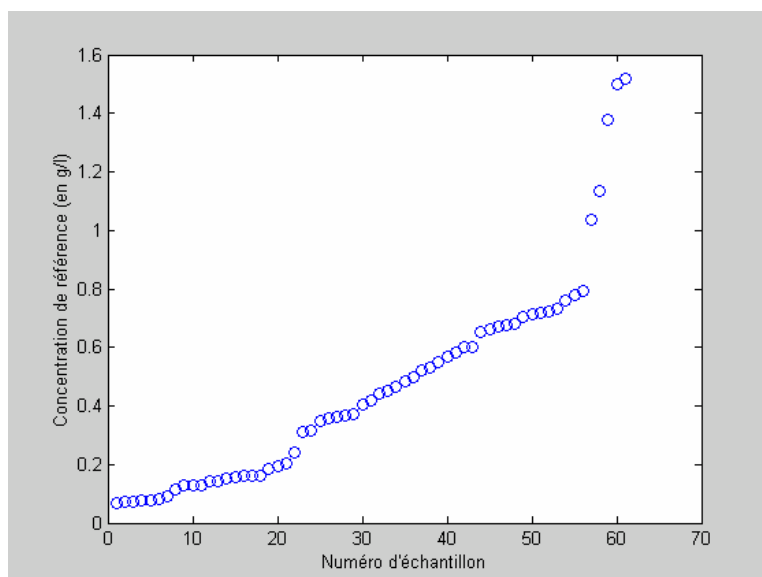


Figure 101 : Distribution en concentration de référence des 61 échantillons

Nous n'avons pu obtenir que 5 échantillons dont la concentration est supérieure à 1 g.L^{-1} , ces cas présentent un dysfonctionnement de la machine avec un contrat très chargé en MES. Nous avons ici visé à étudier la gamme de concentration de 0 à 2 g.L^{-1} qui représente les cas les plus fréquents de fonctionnement de la centrifugeuse sur le site de Châteauroux.

4.3.3.2 Traitements mathématiques des résultats

Avant passage à la phase de création et de validation d'un modèle PLS, nous nous sommes posés la question concernant le nombre d'échantillons à garder en calibration. Nous avons cherché des méthodes mathématiques capables de nous fournir des réponses satisfaisantes.

Une des réponses qui nous paraît pertinente est l'application des algorithmes génétiques aux données. L'objectif étant de réduire au maximum le nombre des échantillons de calibration, en obtenant une erreur de prédiction raisonnable (SECV). Le critère d'optimisation du modèle PLS est l'erreur de prédiction (SEP). Les essais sur skid au laboratoire du centre de Noisy Le Grand ont donné une erreur de prédiction de $0,21 \text{ g.L}^{-1}$, nous estimons qu'avec les données dont nous disposons nous pouvons espérer une erreur inférieure à $0,10 \text{ g.L}^{-1}$ (pour répondre aux exigences des industriels) (cf Tableau 7). Nous avons ainsi fixé notre critère d'optimisation à $0,1 \text{ g.L}^{-1}$. L'algorithme d'optimisation est utilisé pour deux raisons :

- Générer aléatoirement un ensemble de combinaisons différentes des échantillons utilisées dans la calibration, ces ensembles auront des valeurs croissantes de nombre d'échantillons (N).
- Trouver la meilleure combinaison des échantillons utilisés pendant la calibration du modèle PLS pour, d'une part diminuer ce nombre des échantillons, et d'autre part, minimiser l'erreur de prédiction après application du modèle aux $(61-N)$ échantillons restant.

L'objectif de l'ensemble de l'étude est l'optimisation de l'apprentissage du modèle PLS, bien évidemment cet apprentissage dépendra essentiellement de :

- La base de données utilisée
- de la qualité de la mesure

L'étude reste justement applicable à notre cas, les performances de l'application des algorithmes génétiques peuvent être meilleures dans d'autres cas.

L'algorithme génétique est basé sur des principes évolutifs : dans la nature, les espèces sont adaptées à leur environnement à travers l'acquisition, la sélection et la conservation de certaines aptitudes. Le calcul de l'algorithme part d'un groupe d'individus (ensemble de spectres enregistrés et leurs mesures de référence associées) dont leur information génétique (spectres) détermine, individuellement, une 'aptitude physique à survivre' (évaluation du critère d'optimisation qui est ici le SEP). Le problème se résume à préserver l'information génétique qui détermine les meilleures aptitudes, génération après génération.

A cet effet, nous avons suivi, de façon itérative, les pas suivants :

- Sélection de N échantillons pour la calibration du modèle PLS.
- Validation du modèle ainsi créé par les $(61-N)$ individus qui restent, le critère d'optimisation est la somme de résidus carrés (SEP) entre les valeurs expérimentales et celles prédites par le modèle PLS.

Le problème est soumis aux contraintes suivantes :

- Pour trouver un modèle linéaire, nous avons besoin d'au moins deux données expérimentales plus une donnée pour évaluer l'erreur de validation croisée (cross-validation, SECV). Lorsque l'algorithme d'optimisation choisit les échantillons au hasard, et pour assurer l'existence d'au moins un couple d'échantillons linéairement indépendants, nous avons fixé le nombre minimal d'échantillons utilisé pendant la calibration à 4. D'autre part, nous avons besoin d'au moins un échantillon pour évaluer l'erreur après calibration (SEP). Ainsi $N \in [4;61]$ pour la suite.
- L'erreur de calibration doit être inférieure à l'erreur de validation. Cette condition $SECV < SEP$ est à vérifier pour tous les calculs.

Le calcul d'optimisation est arrêté si la différence entre les meilleurs scores (SEP) des deux dernières générations est inférieure à un paramètre prédéterminé (ici de $0,01 \text{ g.L}^{-1}$, limite de résolution de la mesure au laboratoire) ou si l'on atteint un nombre maximal d'itérations.

Le Tableau 24 regroupe le meilleur résultat par test. Dans l'ensemble plus de 3000 simulations ont été effectuées par cas étudié. La tendance est logique, plus on augmente le nombre d'échantillons en calibration, plus l'erreur de prédiction est faible (donc meilleure). A partir de $N=5$ nous avons obtenu un SEP de $0,08 \text{ g.L}^{-1}$, l'évolution du SEP à $N>5$ est peu significative puisque nous avons fixé la résolution maximale à $0,01 \text{ g.L}^{-1}$. Notons aussi que les échantillons de calibration choisis sont répartis sur toute la gamme de concentration de 0 à $1,6 \text{ g.L}^{-1}$. Ici nous n'avons que le meilleur résultat parmi plusieurs simulations. En pratique nous allons calibrer le modèle sur un nombre restreint de points. Nous ne pouvons pas avoir à chaque fois une grande base de donnée. Nous cherchons donc un moyen d'analyse de ces résultats qui soit plus pertinent.

Tableau 24 : Meilleurs résultats obtenus par application de l'algorithme génétique

| N | SECV | SEP | Concentrations des échantillons de calibration (en g.L^{-1}) |
|----|--------|--------|---|
| 4 | 0,0026 | 0,1155 | 0,07 ; 0,16 ; 0,31 ; 0,35 |
| 5 | 0,0286 | 0,0822 | 0,12 ; 0,19 ; 0,45 ; 0,50 ; 0,67 |
| 6 | 0,0256 | 0,0780 | 0,12 ; 0,14 ; 0,16 ; 0,31 ; 0,67 ; 0,70 |
| 7 | 0,0197 | 0,0789 | 0,15 ; 0,24 ; 0,53 ; 0,70 ; 0,71 ; 0,76 ; 1,38 |
| 8 | 0,0129 | 0,0815 | 0,07 ; 0,12 ; 0,14 ; 0,16 ; 0,19 ; 0,35 ; 0,67 ; 0,72 |
| 9 | 0,0272 | 0,0820 | 0,07 ; 0,12 ; 0,15 ; 0,16 ; 0,17 ; 0,67 ; 0,68 ; 0,72 ; 0,73 |
| 10 | 0,0264 | 0,0809 | 0,12 ; 0,14 ; 0,15 ; 0,16 ; 0,44 ; 0,60 ; 0,67 ; 0,67 ; 0,71 ; 0,73 |
| 15 | 0,0769 | 0,0795 | 0,07 ; 0,07 ; 0,07 ; 0,09 ; 0,11 ; 0,12 ; 0,14 ; 0,15 ; 0,36 ; 0,37 ; 0,42 ; 0,66 ; 0,67 ; 0,72 ; 0,78 |
| 20 | 0,0517 | 0,0733 | 0,07 ; 0,07 ; 0,11 ; 0,13 ; 0,13 ; 0,16 ; 0,17 ; 0,18 ; 0,20 ; 0,36 ; 0,45 ; 0,52 ; 0,72 ; 0,73 ; 0,78 ; 1,03 ; 1,13 ; 1,38 ; 1,50 ; 1,5200 |

Nous proposons d'analyser la distribution des SEP en fonction du nombre d'échantillons. La Figure 102 présente l'ensemble des résultats (dans l'ordre croissant de SEP). Nous avons présenté en gras la ligne de concentration de 0,1 g.L⁻¹ qu'on a fixée comme limite supérieure du SEP.

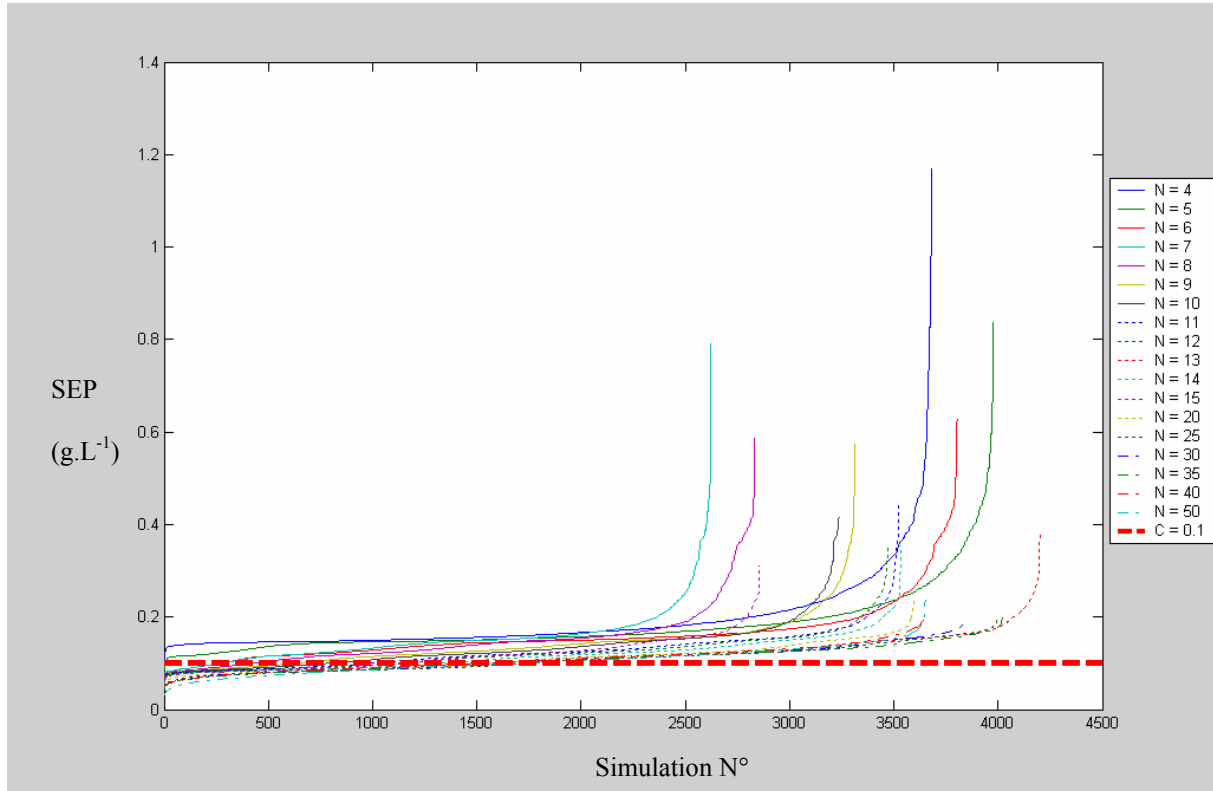


Figure 102 : Distribution des SEP pour les différentes simulations

Nous avons toujours observé des cas où le SEP s'approche de 1 g.L⁻¹, mais ces cas sont minoritaires sur l'ensemble des simulations. Nous avons essayé d'expliquer cette tendance en donnant pour chaque mauvais cas les échantillons de calibration choisis, la répartition des échantillons de calibration pourra expliquer cette tendance. L'étude portera sur N=4, N=10 et N=20. Ceci nous aidera à comprendre en comparaison avec les bons résultats, l'influence de la répartition des échantillons sur la calibration.

Le Tableau 25 résume les résultats des plus mauvaises simulations, en indiquant la concentration des échantillons utilisés pour la calibration.

Tableau 25 : Les plus mauvais résultats obtenus après application de l'algorithme génétique

| N | SEP | Concentration des échantillons (g.L ⁻¹) |
|----|--------|---|
| 4 | 3,62 | 0,57 ; 0,60 ; 0,67 ; 0,72 |
| 10 | 0,4168 | 0,07 ; 0,07 ; 0,08 ; 0,09 ; 0,11 ; 0,13 ; 0,14 ; 0,15 ; 0,16 ; 0,17 |
| 20 | 0,2415 | 0,07 ; 0,11 ; 0,12 ; 0,13 ; 0,14 ; 0,15 ; 0,19 ; 0,20 ; 0,24 ; 0,31 ; 0,34 ; 0,36 ; 0,37 ; 0,42 ; 0,44 ; 0,46 ; 0,52 ; 0,53 ; 0,55 ; 0,58 |

Une visualisation graphique de la répartition des échantillons de calibration est présentée dans la Figure 103.

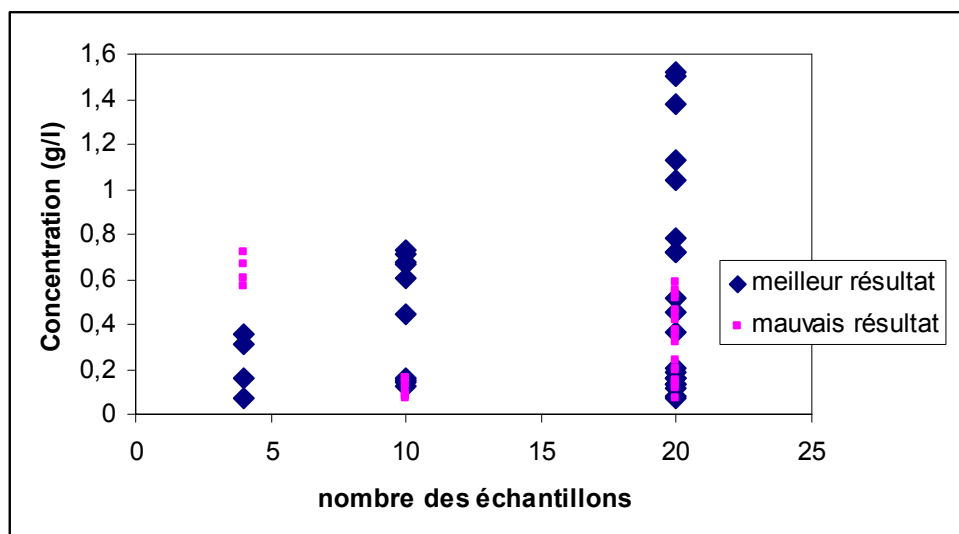


Figure 103 : Distribution des échantillons de calibration pour les meilleurs et les plus mauvais résultats des simulations

Il en sort clairement que les meilleurs résultats (en terme de prédiction) sont obtenus lorsque les échantillons de calibration s'étalent le plus possible sur la gamme de concentration étudiée. Nous proposons pour la suite une étude détaillée pour le cas de 12 échantillons en fixant à chaque fois des intervalles de concentration pour le choix des échantillons de calibration. Nous avons étudié le cas où on a 3 zones et le cas où on a 4 zones.

- 3 zones : L'algorithme est invité à répartir les échantillons sur trois intervalles, c'est-à-dire 4 échantillons dans la zone $[0;0,53]$, 4 échantillons dans la zone $[0,53;1,06]$ et 4 échantillons dans la zone $[1,06;1,6]$. La Figure 104 présente la distribution des SEP obtenue lors de ces tests.

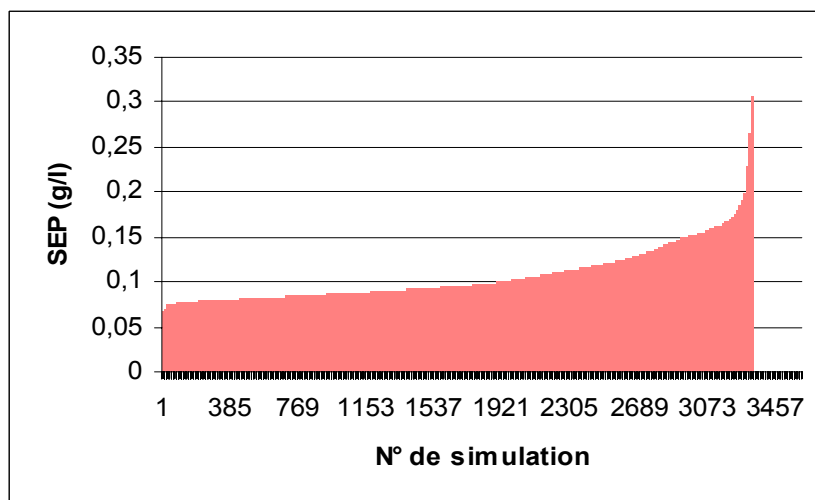


Figure 104 : Distribution des SEP pour l'étude à 3 zones

Avec cette méthode, nous obtenons 90% des résultats avec des SEP inférieurs à $0,15 \text{ g.L}^{-1}$, la méthode de choix de zone de sélection des échantillons de calibration paraît pertinente. Afin de consolider ce résultat nous avons essayé de faire le même test avec 4 zones différentes.

- **4 zones** : L'algorithme répartit les échantillons sur 4 intervalles différents, c'est à dire 3 échantillons dans la zone $[0;0,4]$, 3 échantillons dans la zone $[0,4;0,8]$, 3 échantillons dans la zone $[0,8;1,2]$ et enfin 3 échantillons dans la zone $[1,2;1,6]$. La Figure 105 présente la distribution des SEP obtenus au cours des simulations.

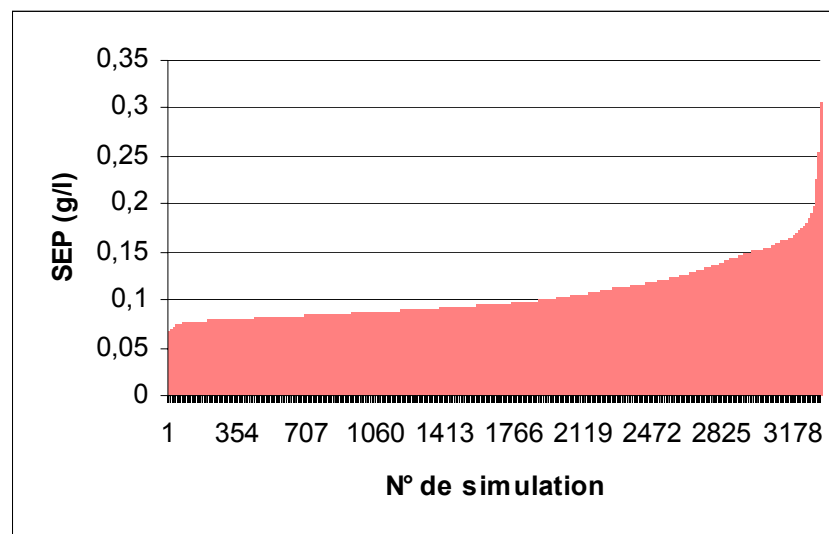


Figure 105 : Distribution des SEP pour l'étude à 4 zones

Nous avons obtenu presque les mêmes résultats qu'avec 3 zones, avec une légère amélioration ici puisque 93% des simulations ont abouti à un SEP inférieur à $0,15 \text{ g.L}^{-1}$.

Nous pouvons conclure que la délimitation par zone des échantillons de calibration apporte un gain de confiance dans la méthode PLS, 62% des résultats de calibration avec 12 échantillons répartis sur 3 zones présentent un SEP inférieur à $0,1 \text{ g.L}^{-1}$ qui est l'objectif fixé par l'industriel.

4.3.4 Conclusion de l'étude spectrophotométrique

Nous avons réussi à développer un capteur fiable pour la mesure en ligne de la concentration en MES du centrat. L'apprentissage du modèle PLS est un des points clefs de l'étude, quand l'apprentissage est bien effectué le modèle est robuste et présente une bonne reproductibilité pour prédire le taux de MES dans le centrat. L'étude par les algorithmes génétiques a montré qu'il faut prendre des échantillons bien répartis sur la gamme de mesure pour obtenir les meilleurs rendements du modèle.

L'étude des enregistrements en continu des spectres n'a pas été effectuée faute de temps, mais il apparaît judicieux d'utiliser cette mesure pour l'analyse de la dynamique des centrifugeuses. Une dynamique qui reste ambiguë, malgré les multiples avancées que nous avons obtenu par l'analyse bibliographique et l'analyse des règles de conduite de la machine.

La spectrophotométrie est une méthode de mesure puissante, tant que nous maîtrisons les outils mathématiques qui vont avec. La confiance accordée à cette méthode de mesure est satisfaisante, vu le nombre important d'informations que nous pouvons collecter et analyser. Le prix de l'appareil n'excède pas 3000 € (skid et traitement compris) ce qui représente un avantage considérable par rapport aux autres appareils présents sur le marché (exemple : le Turbiscan On Line coûte 42000 €).

5 Conclusion de l'étude de l'instrumentation

L'analyse d'image est une technique puissante qui demande beaucoup d'investigation, nous l'avons utilisé dans notre cas pour le suivi de la concentration en MES du centrat qui a sûrement un rapport avec la teinte. Cette technique paraît aussi utile pour l'étude de la texture du centrat. Les experts affirment que la mesure du « taux de polymère » dans le centrat reflète la texture de ce dernier. C'est un axe de recherche intéressant pour la suite.

Les sondes présentes sur le marché présentent toutes des similitudes, avec des particularités au niveau des systèmes de nettoyage. La mise en œuvre de la sonde de mesure dans une station d'épuration est une opération délicate, le point le plus important est l'emplacement de la sonde. Nous avons montré au cours de cette étude que selon les conditions de mesure la mesure peut donner une réponse satisfaisante si toutes les contraintes sont prises en compte, la durée d'une telle étude peut être plus au moins longue selon l'expérience ultérieure que nous avons de l'utilisation de la sonde de mesure.

Afin de prendre en compte toutes les contraintes sur une station d'épuration, le développement d'une sonde de mesure est la solution la plus pertinente. Nous avons montré au cours de l'étude du spectrophotomètre qu'une telle étude apporte une nouvelle contribution au domaine.

Sur les six instruments de mesure étudiés, une étude s'est arrêtée au niveau du laboratoire vu la difficulté de sa mise en œuvre en ligne, deux études ont abouti à un échec et trois études ont abouti à une mesure représentative de la concentration du centrat. L'une d'entre elle a été abandonnée pour des raisons économiques. Parmi les deux restantes, le capteur

spectrophotométrique développé, paraît le plus pertinent car c'est une mesure sans contact. Ce capteur, dont l'analyse des données est basée sur un modèle linéaire, présente néanmoins un étalonnage délicat.

Le Tableau 26 propose un résumé de l'aboutissement de nos travaux de recherche.

Tableau 26 : Résultats des travaux de recherche en instrumentation

| Instrument | Principe de mesure | Résultats |
|---------------------------------|--|--|
| Caméra | Analyse d'image | Résultats intéressants au niveau du laboratoire. La mise en ligne n'a pas été abordée vu les différentes contraintes qu'impose l'échantillonnage |
| VisioTurb 700 IQ (WTW) | Turbidité | Mesure non corrélée à la concentration réelle du centrat, la sonde s'encrasse très vite. |
| Solitax hs-line (Dr Lange) | Turbidité avec compensation de couleur | Mesure fiable, le système de nettoyage avec essuie-glace est efficace. |
| Positrol-O (SNF) | Niveau de gris | L'étude effectuée est insuffisante pour juger des qualités métrologiques du capteur. |
| Turbiscan On Line (Formulation) | Transmission – rétrodiffusion à 850 nm | Mesure fiable, peu d'encrassement de la cellule de mesure. Seule limite, le prix de l'appareil très élevé. |
| Spectrophotomètre (Zeiss) | Transmission de la lumière visible | Mesure fiable, une attention particulière est à porter à l'étalonnage. |

Partie 5 : Conclusion générale et perspectives

Nous avons présenté dans ce mémoire une méthode de travail originale afin de mieux comprendre et maîtriser le pilotage des centrifugeuses de Guinard Centrifugation. L'ensemble du travail sert à clarifier les besoins d'instrumentation en vue d'une commande en ligne de la centrifugeuse.

La première partie de ce mémoire dresse un bilan pour faire une analyse de la situation actuelle dans le domaine. Ensuite nous avons mis en œuvre notre stratégie d'étude en se basant sur quelques travaux antérieurs. L'optimisation du fonctionnement des décanteurs passe obligatoirement par la mesure, c'est ainsi que nous nous sommes attachés au développement de différentes solutions de mesure. Il convient alors de faire le bilan de notre travail selon trois axes : l'analyse du procédé, la modélisation experte et l'instrumentation.

- L'analyse du procédé

L'étude de l'origine et des modes de traitement des boues dans la filière d'épuration des effluents urbains rend compte de la difficulté de maîtrise du procédé de centrifugation. En effet, les boues présentent une grande variabilité et leur caractérisation n'est pas toujours facile. Dans ces conditions, maîtriser leur déshydratation mécanique par les centrifugeuses devient très difficile. La caractérisation du fonctionnement des centrifugeuses est encore empirique, les études types génie des procédés n'ont pas donné satisfaction. Nous avons réussi, à travers cette analyse à fournir un diagramme d'influence (Figure 7).

Les paramètres les plus importants sont mis en évidence à travers ce diagramme. Le paramètre « consommation de polymère » figure parmi les actions de pilotage (débit de polymère) et fait aussi parti des objectifs du traitement, c'est le paramètre de pilotage le plus important au point de vue économique. L'amélioration du fonctionnement du procédé de centrifugation des boues, requiert au moins une optimisation de la quantité de polymère injecté et de l'énergie consommée. Pour ce faire, différentes mesures sont indispensables.

Vu le nombre important de mesures identifiés à travers cette analyse, nous avons choisi de consulter les experts de l'entreprise Guinard Centrifugation afin d'analyser et de modéliser leur connaissance sur la commande des machine. Le but ultime de la modélisation experte est la définition de l'instrumentation indispensable à la commande des centrifugeuses.

- La modélisation experte :

La méthode du recueil d'expertise contribue efficacement à la maîtrise du procédé. En formalisant la connaissance des experts, il devient facile de faire la part de chaque action sur les différents indicateurs identifiés. D'un autre côté, ceci aide à la compréhension, même partiellement, des phénomènes physiques mis en jeu.

L'interface d'aide à la décision développée fournit un outil puissant de commande puisqu'elle intègre toutes les actions possibles. En général l'expert ne règle la machine que sur un nombre restreint de paramètres, or l'étude du procédé a montré qu'il faut atteindre un compromis entre tous les paramètres de pilotage pour optimiser le fonctionnement. Le logiciel est validé par confrontation entre ses sorties et les actions menées par l'expert. Une étude de commande de la centrifugeuse par l'intermédiaire de l'interface développée permettra sûrement de trancher quant à l'efficacité d'un tel module pour l'optimisation du procédé.

Une limite à l'utilisation du logiciel se résume dans le « savoir mesurer ». Un opérateur disposant de l'interface et ne sachant pas qualifier les « indicateurs sensoriels » identifiés ne pourra pas l'utiliser. C'est ainsi que nous avons défini dans notre démarche une étape d'instrumentation pour remplacer la mesure faite par l'opérateur.

Un résultat important de l'étude est la formalisation de ces « indicateurs sensoriels ». Cette formulation nous a permis de conclure qu'il faut effectuer trois mesures sur le produit et non deux comme nous l'avons cru à travers l'analyse du procédé. Ces trois mesures sont : « la siccité des boues déshydratées », « la concentration en MES du centrat » et « le taux de polymère dans le centrat ». Des solutions d'instrumentation sont ainsi proposées.

- Etude de l'instrumentation :

La maîtrise de la qualité des produits passe par l'instrumentation. Nous avons cherché, dans le cadre de cette étude, des instruments de mesures fiables capables de nous renseigner en temps réel de la qualité des produits à la sortie de la centrifugeuse.

La mesure de l'indicateur « siccité des boues déshydratées » n'a posé aucun problème, puisque le système de mesure par le couple (développé par la société Guinard) est fiable.

La mesure de l'indicateur « concentration en MES du centrat » est plus délicat. En effet, le centrat est un produit hétérogène présentant des grandes quantités de bulles d'air piégées qui peuvent perturber les mesures.

Le capteur spectrophotométrique développé est de loin le plus intéressant au point de vu rapport qualité/prix. Néanmoins ce capteur présente un étalonnage délicat. L'étude menée ne nous a pas permis de trancher quant au nombre minimum d'échantillon de calibration, mais nous pouvons déjà affirmer que pour 5 échantillons de calibration choisis au hasard dans l'intervalle $[0;2]$ g.L⁻¹ nous obtenons une erreur de prédiction moyenne de 0,18 g.L⁻¹ (en incluant les plus mauvais résultats) : ce résultat paraît intéressant pour la caractérisation en ligne de la concentration en MES du centrat. La répartition des concentrations des échantillons de calibration sur la gamme de mesure visée a été étudiée. On en conclut clairement qu'il faut répartir les échantillons sur des concentrations différentes couvrant toute la gamme pour obtenir les meilleures performances du prédicteur.

Pour la calibration du capteur spectrophotométrique une méthode de répartition des concentrations des échantillons reste à développer.

Une autre voie pertinente est de coupler plusieurs capteurs, pour comparer leurs qualités métrologiques respectives et pour voir ce que peut apporter la combinaison de plusieurs principes de mesure différents au point de vue de la précision de la mesure de la concentration en MES du centrat.

La mesure instrumentale de l'indicateur « Taux de polymère » a été approchée par la classification des échantillons. Un classifieur, basé sur la mesure opérateur et les spectres enregistrés, a été développé avec la collaboration du *Cemagref* de Clermont-Ferrand. Les résultats n'étaient pas concluants. En effet, la répétabilité des experts concernant cet indicateur est médiocre et laisse la voie ouverte pour une étude plus détaillée, portant en particulier sur le mode opératoire pour la qualification de la quantité de polymère dans le centrat. Une des solutions de mesure peut-être aussi par l'installation de capteurs type SCD ou Zénofloc. Le manque de temps et la faible implantation de ces capteurs sur les stations d'épuration ne nous ont pas permis de mener à terme cette approche.

La disponibilité de ces trois mesures en ligne permettra de faire une analyse concrète de la dynamique d'une centrifugeuse. Une dynamique qui demeure mal caractérisée dans la bibliographie actuelle.

Un couplage entre les mesures en ligne et le logiciel d'aide à la décision permettra le développement d'un module de pilotage automatique des centrifugeuses. Un contrôle en ligne qui induira des gains économiques importants dans la filière de traitement des boues urbaines.

Références bibliographiques

Abu-Orf, M. M. et S. K. Dentel (1994). Use of liquid stream viscosity in sludge dewaterability assesement : laboratory and full-scale studies. 67th annual conference & exposition, Chicago, ILLINOIS, WEFTEC'94.

Abu-Orf, M. M. et S. K. Dentel (1997). "Effect of mixing on the rheological characteristics of conditioned sludge : full-scale studies." Water Science and Technology **36**(11): 51-60.

Abu-Orf, M. M. et S. K. Dentel (1998). "Automatic control of polymer dose using the streaming current detector." Water Environment Research **70**(5): 1005-1018.

ADEME (1999). Les coûts de traitement et de recyclage agricole des boues résiduaires urbaines, Ademe édition.

Agioux, L. (2003). Conception et validation d'un outil d'aide à l'estimation de l'état sensoriel des fromages en cours d'affinage : Application à l'affinage d'un fromage à pâte molle et à croûte fleurie. Paris. Thieval-Grignon, INA PG.

Asch, G. (1998). Les capteurs en instrumentation industrielle, DUNOD.

Audibert, J. (1997). Régulation par logique floue des centrifugeuses de boues de stations d'épuration. L'eau, L'industrie, Les nuisances. **207**: 47 - 49.

Baudez, J.-C., *et al.* (2002). "Rhéologie et physico-chimie des boues résiduaires pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage." TSM **10**: 73-79.

Bell, D. J. et K.-H. Brunner (1983). A method for the evaluation of floc break-up in centrifuges. filtration & separation: 274-278.

Bellon-Maurel, V. (1994). Problématique de la conception de capteurs en ligne. Toulouse, Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Toulouse: 94.

Berk, J. S., *et al.* (1994). Enhanced biosolids dewatering through the use of the ferrous chloride. 67th annual conference & exposition, Chicago, ILLINOIS, WEFTEC'94.

Beyer, D. H.-J. (2000). Varipond brings relief to sewages treatment plants. Separator's world: 18 - 19.

Beyer, H.-J. (1995). Automation and process control of centrifugal decanters. International symposium on filtration and separation, Salamanca Spain.

Boissonnade, G., *et al.* (1998). Optimisation des ouvrages de décantation et d'épaississement : une combinaison innovante et judicieuse. L'eau, L'industrie, Les nuisances. **213**: 47 - 49.

Bordes, C., *et al.* (2003). "Optical investigation of shear- and time-dependent microstructural changes to stabilized and depletion-flocculated concentrated latex sphere suspensions." Powder Technology **130**: 331-337.

Chen, G., *et al.* (2002). Sludge dewatering and drying. Drying technology.

Chu, C. P. et D. J. Lee (2002). Dewatering of waste activated sludge via centrifugal field. Drying technology.

Clémont, J. M. (1981). Larousse agricole, Librairie Larousse.

Curt, C. (2002). Méthode d'analyse, dévaluation et de contrôle des propriétés sensorielles en conduite de procédé alimentaires. ENSIA. Massy, ENSIA: 192.

Davies, A. M. C. (2001). "Uncertainty testing in PLS regression." Spectroscopy Europe **13**(2): 16-18.

Degrémont (1989). Mémento technique de l'eau. Paris, LAVOISIER.

Dentel, S. K. et M. Abu-Orf (1994). WERF : Full-scale Evaluation of available sludge conditioning control technologies. 67th annual conference & exposition, Chicago, ILLINOIS, WERF'94.

Dentel, S. K., *et al.* (2000). "Optimization of slurry flocculation and dewatering based on electrokinetic and rheological phenomena." Chemical Engineering Journal **80**: 65-72.

Dubois, D. et H. Prade (1980). Fuzzy sets and Systems : Theory and Application, Academic Press Inc.

Faust, T. et W. Gösele (1986). Investigation on the clarification process in decanter centrifuge. Ger. Chem. Eng, Weinheim, Verlagsgesellschaft.

Frost, M. et E. Huber (1997). Mesures en continu de la turbidité. L'EAU, L'INDUSTRIE, LES NUISANCES. **206**: 42-45.

Gerdes, W. F. (1966). A new instrument - the streaming current detector. 12th National Analysis Instrument Symposium, Houston, TX.

Gösele, W. (1980). Scale-up of helical conveyor type decanter centrifuges. Ger. Chem. Eng, Weinheim, Verlag chemie.

Grace, N., *et al.* (1994). Characteristics of pelletized products derived from the direct heat drying of three types of biosolids : A comparative evaluation with end user market requirements. 67th annual conference & exposition, Chicago, ILLINOIS, WEFTEC'94.

Homeyer, A. v., *et al.* (1999). Optimization of polyelectrolyte dosage for dewatering sludges suspensions by means of a new centrifugation analyser with an optoelectronic sensor. colloïd ans polymer science. **277**: 637 - 645.

Karolis, A. et W. Stahl (1996). An expanded mathematical model describing the conveying of pasty material in decanter centrifuges. Ostand, Beringham.

Larousse (1989). Le petit Larousse en couleurs.

Lerche, D. et D. Frömer (2000). Experimental analysis of sedimentation kinetics of concentrated suspensions in a centrifugal field. Flux density and viscosity function. Hambourg makromolekulares synopium, Hambourg.

Leung, W. (1995). Method and apparatus for controlling and monitoring continuous feed centrifuge. With international search report. USA.

Leung, W. W.-F. (1998). Torque requirement for high-solids centrifugal sludge dewatering. filtration & separation: 883 - 887.

Litvine, F. (1989). "Niveau réel du liquide dans un bol de décanteur centrifuge." Information chimie **310**: 327 - 334.

Mange, P. (1991). Mesure de l'indice de Mohlman (décantabilité des boues) : influences de la dilution et de la température. Séminaire technique BTG, Romainmôtier, BTG.

Matta, N., *et al.* (1999). Méthodes de capitalisation de mémoire de projet, INRIA Sophia Antipolis: 70.

McDonald, S., *et al.* (1994). Side-by-side pilot testing of centrifuge and belt filter press dewatering equipment on anaerobically digested biosolids and storage/treatment lagoon biosolids. 67th annual conference & exposition, Chiacago, ILLINOIS, WEFTEC'94.

Mengual, O., *et al.* (1999a). "Charcaterisation of instability of concentrated dispersions by a new optical analyser : the TURBISCAN MA 1000." Colloïds and Surfaces **152**: 111-123.

Mengual, O., *et al.* (1999b). "TURBISCAN MA 2000 : multiple light scattering measurement for concentrated emulsion and suspension instability analysis." Talanta **50**: 445-456.

Mizier, M.-O. (1997). Boues d'eaux résiduaires, comment réduire leur teneur en eau ? L'EAU, L'INDUSTRIE, LES NUISANCES. **207**: 33-41.

Mizier, M.-O. (1998). Guide de choix : comment choisir un turbidimètre? L'EAU, L'INDUSTRIE, LES NUISANCES. **216**: 29-35.

Mortgat, B. (1998). Déshydratation des boues d'épuration. Environnement & Techniques. **173**: 26 - 28.

Mortgat, B. (1999). Le recyclage agricole des boues. Environnement & Technique. **184**: 36-40.

Noxon, A. (1996). Hydraulic and computing power combine for state-of-the-art sludge dewatering. Filtration & Separation: 25 - 27.

Otte-Witte, R., *et al.* (2000). Sludge disintegration by Lystate thickening centrifuge. 5th biosolids conference, Wakefield, UK.

Perrot, N. (1997). Maîtrise des procédés alimentaires et théorie des ensembles flous. Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires. Massy, ENSIA: 158.

Queen-Harper, P., *et al.* (1994). WERF : Developement and validation of laboratory testing methods for the selection of sludge conditioners. 67th Annual conference & exposition, Chicago, ILLINOIS, WEFTEC'94.

Reif, F., *et al.* (1990). About the optimization of decanter centrifuges. TIZ international, Powder magazine. **114**: 342 - 345.

Reif, F. et W. Stahl (1989). Transportation of moist solids in decanter centrifuges. chemical engineering progress: 57 - 67.

Rivet, P. (1981). Guide de la séparation liquide-solide, société française de filtration.

Robert, P. (1981). Le Petit Robert : Dictionnaire alphabétique et analogique de la langue Française.

Roche, N., *et al.* (1994). Modélisation de l'hydrodynamique d'un décanteur primaire de station d'épuration. Revue des sciences de l'eau. **7**: 153 - 167.

Sambuichi, M., *et al.* (1991). Zone settling of concentrated slurries in a centrifugal field. Journal of chemical engineering of JAPAN. **24**: 489 - 495.

Schnittger, J. R. (1970). "Integrated theory of separation for bulk centrifuges." Ind. Eng. Chem. Process Des. Develop. **9**(3): 407 - 413.

Stadager, C. et W. Stahl (1995). Modeling the kinetics of the dewatering of bulk solids in centrifugal decanters. International symposium on filtration and separation, Salamanca / Spain.

Stahl, W. et T. Langeloh (1984). Improvement of clarification in decanting centrifuges. Ger. Chem. Eng., Weinheim, Verlag Chemie.

Stahl, W., *et al.* (1999). A summary of the academic research on decanting centrifuges.

Steiger, W. (1995). Practical experience with the centrifugal dewatering of bulks solids. International symposium on filtration and separation, Salamanca/spain, Westfalia separator AG, decanter research and development.

Steyer, J.-p. (1998). Modelisation, Commande et Diagnostic des procédés biologiques de dépollution. NARBONNE, INRA: 172.

Takagi, H. et M. Sugeno (1985). "Fuzzy identification of systems and its application to modelling and control." Man and Cybernetics **15**: 116-132.

Trystram, G., *et al.* (1994). "Supervision of food processes." Automatic control of food and biological processes: 441-448.

Walker, C. A., *et al.* (1996). "The streaming current detector : A quantitative model." Journal of colloïd and interface science **182**: 71-81.

Wallace, W. (1996). Method and apparatus for controlling and monitoring continuous feed centrifuge. Baker Hugues. USA: 87.

Ward, P. N. et M. Hoare (1998). The dewatering of biological suspensions in industrial centrifuges.

Wide, P. (1999). "The humain decision making in the dough mixing process estimated in an artificial sensor system." Journal of food engineering 21: 39-46.

Zadeh, L. (1965). "Fuzzy Sets." Information and Control 8: 338-353.

ANNEXES

Annexe 1 : Etude de la décantation statique

Lorsqu'on effectue une décantation statique en éprouvette d'un mélange de deux phases (par exemple particules solides ou globules liquides en suspension dans un liquide porteur) la particule de la phase dispersée, de volume V_p et de masse volumique ρ_p abandonnée à elle-même dans le fluide porteur de masse volumique ρ_f est soumise (Figure 106):

- D'une part, à une force F_1 , résultante de son poids et de la poussée d'Archimède exercée par le fluide

$$F_1 = V_p * (\rho_p - \rho_f) * g \quad (\text{kg.m.s}^{-2})$$

- D'autre part, à une force F_2 liée à son mouvement, appelée traînée, qui agit dans le sens opposé à la vitesse relative de la particule par rapport au fluide.

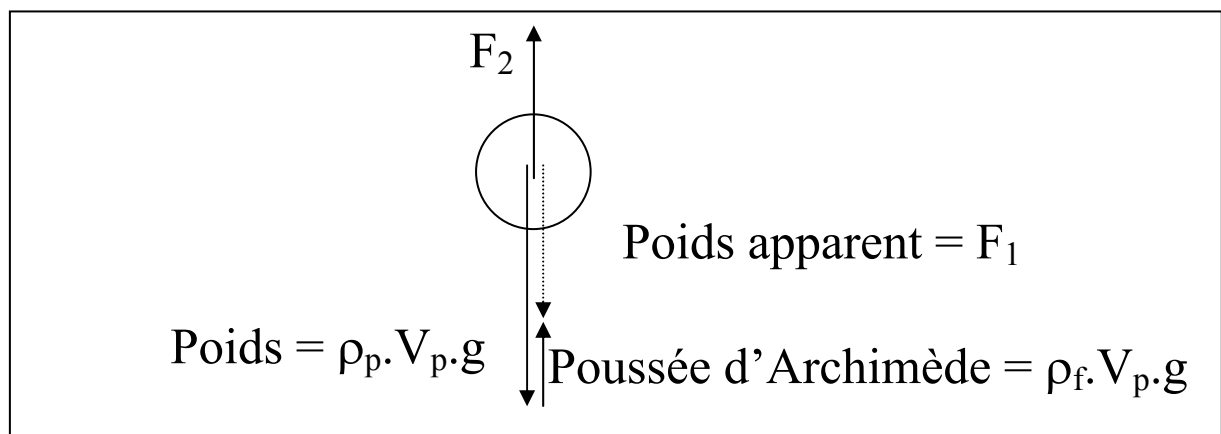


Figure 106 : Forces appliquées sur une particule en chute libre dans un fluide

F_2 dépend de la vitesse v de la particule, de sa forme, de ses dimensions, de la viscosité η du fluide et de la masse volumique du fluide ρ_f . L'application du principe fondamental de la dynamique au mouvement de la particule donne :

$$m_p * \frac{dv}{dt} = F_2 - F_1$$

Où m_p est la masse de la particule en Kg.

A l'équilibre $F_2 = F_1$ et la particule prend une vitesse constante v_c appelée vitesse limite de chute ou vitesse limite de décantation ou encore simplement vitesse limite.

La période transitoire pendant laquelle $F_2 \neq F_1$ et où la particule possède une certaine accélération est négligeable : en décantation, on s'intéresse le plus souvent à la vitesse limite.

La vitesse de décantation, relative à une particule donnée, est constante si l'on admet que :

- Les particules qui décantent dans le fluide n'ont pas des actions réciproques d'attraction ou de répulsion entre elles,

- Le mélange fluide/particules est homogène en ce qui concerne sa densité et sa viscosité.
- Les températures sont constantes, il n'y a donc pas lieu de tenir compte de courants de convection, il ne se produit aucun changement de nature chimique, ni physique pendant la décantation.
- L'influence des parois est négligeable.

En utilisant la loi de Stokes (Rivet, 1981), la vitesse limite v_c peut-être calculée à partir des paramètres suivants :

- diamètre de la particule d_p (m)
- masse volumique de la particule ρ_p (Kg.m^{-3})
- masse volumique du fluide porteur ρ_f (Kg.m^{-3})
- viscosité dynamique du fluide η (Pa.s)
- accélération de la pesanteur g (m.s^{-2})

$$v_c = \frac{d_p^2 * (\rho_p - \rho_f)}{18 * \eta} * g \quad (\text{m.s}^{-1})$$

L'équation ci-dessus montre que la vitesse d'une particule est déterminée par les caractéristiques physiques de la particule et du liquide :

- Plus le diamètre de la particule est grand, plus la vitesse de sédimentation est grande.
- Plus la viscosité du liquide est faible, plus la vitesse de sédimentation est grande.

Au lieu de procéder à une décantation statique dans des bacs où on laisse déposer des particules dans un fluide au repos, on réalise industriellement la décantation dans des bacs alimentés en continu, le liquide se déplaçant horizontalement, verticalement ou obliquement.

Dans ce cas, une particule donnée de la suspension est soumise à deux vitesses :

- sa vitesse de décantation v_c précédemment décrite.
- la vitesse v_f du fluide porteur, supposée constante dans tout l'appareil (cas du décanteur parfait).

La particule a donc un mouvement et une trajectoire résultant de la composition des deux vitesses. La Figure 107 présente un bac alimenté horizontalement par une suspension supposée homogène, dans un système d'axes de coordonnées rectangulaires.

Pour qu'une particule donnée de diamètre D soit décantée, il faut qu'elle atteigne le fond du bac avant la sortie, sinon elle est emportée par l'effluent. Le temps qu'il faut pour que la particule soit décantée est :

$$\Delta t_1 = \frac{h}{v_c} \text{ (s) avec } h = \text{ hauteur du bac (m)}$$

D'autre part le temps de passage est :

$$\Delta t_2 = \frac{x}{v_f} \text{ (s) avec } x = \text{ longueur du bac (m)}$$

Pour que la particule soit décantée, il faut que $\Delta t_1 \leq \Delta t_2$. La condition limite de décantation

est définie par $\Delta t_1 = \Delta t_2$ soit $\frac{h}{v_c} = \frac{x}{v_f}$ ou encore $v_f * h = v_c * x$.

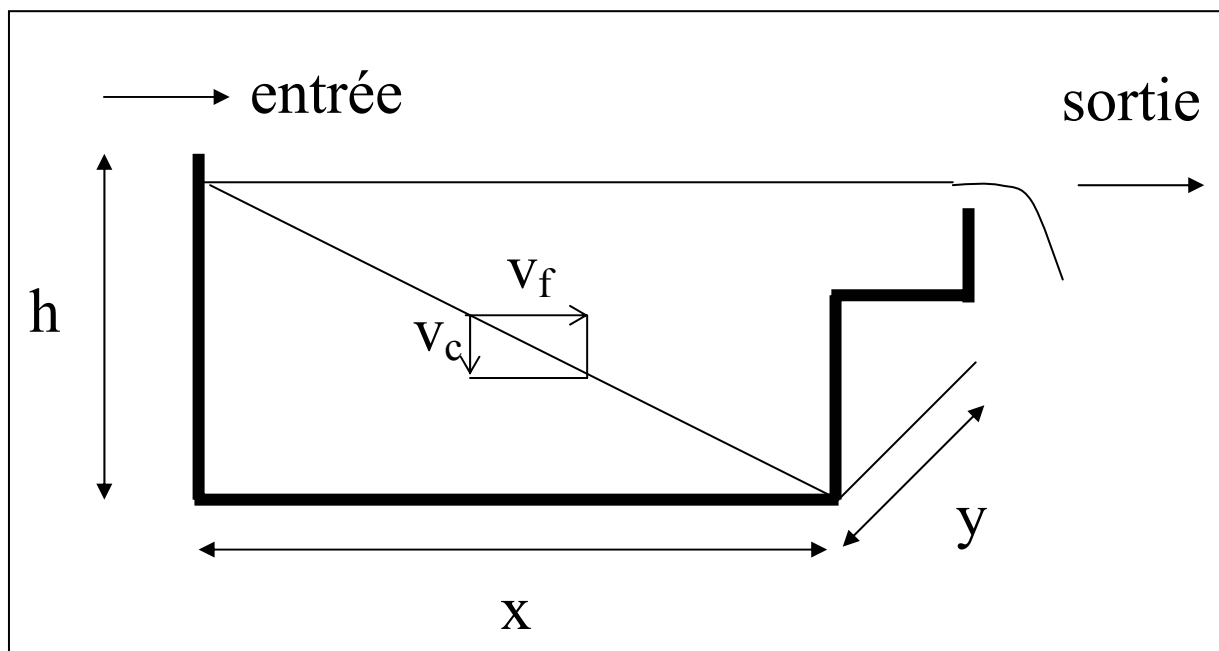


Figure 107 : Trajectoire d'une particule dans un bac alimenté en continu

En multipliant par y qui représente la largeur du bac nous trouvons :

$$v_f * h * x = v_c * y * x \text{ ce qui est équivalent à } Q = v_c * S$$

Avec :

$$\begin{cases} Q : \text{débit limite d'alimentation du bac (m}^3 \cdot \text{s}^{-1}) \\ S : \text{Surface de base du bac (m}^2) \end{cases}$$

Théoriquement, on peut donc séparer en décantation statique toutes les particules ayant une vitesse de décantation non nulle, à condition de ne pas alimenter le bac à un débit supérieur au débit limite correspondant aux caractéristiques de cette particule.

Cette notion est utilisée pour le dimensionnement des décanteurs primaires des stations d'épuration. La décantation primaire assure la clarification des eaux, elle élimine en moyenne 50% des solides en suspension et réduit la DBO₅ de 25 à 40% (Degrémont, 1989).

Une étude de modélisation de l'hydrodynamique d'un décanteur primaire de station d'épuration a été réalisée (Roche, Bendounan *et al.*, 1994). Elle se base sur la détermination de la distribution des temps de séjour (D.T.S) de la phase liquide du décanteur par traçage au chlorure de lithium. Simultanément, les évolutions des débits d'effluent à traiter et des rendements d'épuration en matières en suspension ont été suivies. Le modèle dynamique résultant de cette étude a permis d'analyser les performances d'épuration du décanteur étudié. D'autres applications du modèle sur différents types de décanteurs sont en cours d'étude.

Une méthode d'optimisation des ouvrages de décantation est présentée par la société OTV en associant des décanteurs et des épaisseurs en série (Boissonnade, Duchamp *et al.*, 1998). Cette méthode a permis un gain de place de 50% sur une station d'épuration.

La partie liquide à la sortie est acheminée vers l'épuration biologique, les matières en suspension accumulées dans le fond du bassin forment les boues d'épuration qui sont pompées vers un autre type de traitement.

Annexe 2 : Méthodes de caractérisation des boues

Nous pouvons selon la littérature diviser les caractéristiques des boues en trois grands groupes : par leur nature, par leur structure et par leur comportement à la déshydratation.

1. Caractérisation des boues par leur nature

La première caractéristique des boues est la teneur en matière sèche (MS), exprimée généralement en grammes par litre ou en pourcentage en poids. Elle est déterminée par séchage à 105°C jusqu'à poids constant.

La teneur en matières volatiles (MV) est exprimée en pourcentage en poids des MS : elle est déterminée par gazéification dans un four à 550-600°C. Cette mesure est utilisée dans le cas où l'issue finale de traitement est l'incinération des boues.

Nous pouvons aussi étudier la composition élémentaire pondérale (comme le taux moyen des atomes d'hydrogène et d'azote pour apprécier le degré de stabilisation) pour les boues, mais ceci est rarement cité dans la littérature. La mesure des métaux lourds est quant à elle nécessaire puisqu'elle déterminera leur post-traitement.

2. Caractérisation des boues par leur structure

Les suspensions boueuses sont des fluides viscoélastique, à seuil non thixotropes dont les caractéristiques mécaniques dépendent davantage des interactions entre constituants solides que de leur concentration en matières sèches (Baudez, Coussot *et al.*, 2002). La valeur trouvée pour la viscosité des boues est relative et dépend de la contrainte de cisaillement appliquée. Cette caractéristique est très essentielle pour apprécier les possibilités de collecte, de transport et de pompage d'une boue. Il existe une nouvelle méthode expérimentale pour la détermination de la densité et de la viscosité des boues qui est basée sur un suivi optique de la migration des boues lors d'une centrifugation en laboratoire : cet appareil est dénommé LUMiFuge (Lerche et Frömer, 2000).

Il est également possible de réaliser une analyse granulométrique des boues. Cette analyse montre une grande variabilité des matières contenues dans une boue (Ward et Hoare, 1998) : la distribution peut aller de quelques microns à quelques millimètres. Ce qui rend cette caractérisation peu exploitable dans le cas des boues de station d'épuration urbaine. Les boues agro-alimentaires, quant à elles, présentent une grande homogénéité de taille pour les matières en suspension.

La caractérisation d'une boue se fait aussi par la nature de l'eau qu'elle contient. Cette eau est composée :

- D'une eau libre assez facilement éliminable.

- D'une eau liée comprenant l'eau capillaire, l'eau d'hydratation colloïdale, l'eau cellulaire et chimiquement liée.

Si l'eau libre est assez facilement éliminable, l'eau liée nécessite une énergie assez forte (Steiger, 1995). L'eau cellulaire n'est séparable que par des moyens thermiques puissants.

Il existe une méthode pour déterminer la proportion d'eau libre et d'eau liée dans une boue : c'est la thermogravimétrie (Degrémont, 1989). Elle consiste à établir la courbe de perte de poids d'eau à température constante d'un échantillon de boue. La thermogravimétrie permet d'estimer la tendance hydrophile d'une boue, et donc à déterminer l'aptitude d'une boue à la déshydratation.

3. Caractérisation des boues par leur comportement en cours de déshydratation

Il existe dans la littérature plusieurs manipulations spécifiques afin de déterminer les techniques les plus adaptées pour déshydrater une boue. Nous avons recensé :

- L'aptitude de la boue à l'épaississement : déterminée dans une colonne de sédimentation, elle permet d'obtenir l'évolution de la vitesse de sédimentation en fonction de la concentration en solides (Mange, 1991).
- Caractérisation numérique de la filtrabilité : déterminée par une cellule de filtration compression, elle permet de suivre l'évolution de la porosité de la boue en fonction de la pression appliquée.
- Caractérisation numérique de la compressibilité : déterminée grâce à une cellule de compression perméabilité.

Toutes ces données permettent d'identifier et de caractériser une boue afin de choisir le post-traitement le plus adapté (Sambuichi, Nakakura *et al.*, 1991).

Annexe 3 : Flocculation des boues

1. Principe de la flocculation

Les matières colloïdales sont soumises à deux grands types de forces :

- Force d'attraction de Van der Waals, liée à la structure et à la forme des colloïdes ainsi qu'à la nature du milieu, cette force est généralement notée E_A .
- Force de répulsion électrostatique liée aux charges superficielles des colloïdes notée E_B .

La stabilité d'une suspension colloïdale dépend du bilan des forces d'attraction et de répulsion, dont le niveau énergétique est donné par $E = E_A + E_B$.

Pour déstabiliser la suspension, il faut franchir la barrière énergétique E . Pour cela, et afin de favoriser l'agglomération des colloïdes, il faut diminuer les forces de répulsion électrostatique. C'est la flocculation qui réalise cette déstabilisation.

Cette étape est primordiale pour l'élimination de l'eau dans les boues des fonds des bassins de décantation ; sans cette technique la déshydratation mécanique des boues est pratiquement impossible (Faust et Gösele, 1986).

2. Différents types de flocculants

Chaque réactif chimique employé a son efficacité propre. L'un des critères est la dimension des floccs formés. Dans le domaine des traitements des boues nous trouvons :

- Les réactifs minéraux : De nombreux électrolytes minéraux à cation polyvalent pourraient être utilisés mais, pour des raisons d'économie et d'efficacité, on emploie le plus souvent des sels métalliques, tels que les chlorures ferriques (Berk, Haug *et al.*, 1994; Grace, Carr *et al.*, 1994), chlorosulfate ferrique, sulfate ferrique, sulfate ferreux et, à un degré moindre, les sels d'aluminium (Degrémont, 1989). Ces réactifs ont une action coagulante (leur charge est souvent opposée à celle des colloïdes) et une action flocculante par la formation d'hydroxydes complexes hydratés (Berk, Haug *et al.*, 1994). Souvent ces produits sont considérés comme générateur de pollution et ne sont pas conseillés pour la flocculation des boues (McDonald, Parlin *et al.*, 1994).
- Les polyélectrolytes : ils sont plus efficaces que les réactifs précédents, formant des floccs volumineux (plusieurs millimètres), bien différenciés dans une eau interstitielle clarifiée. Les polyélectrolytes permettent d'une part d'obtenir une flocculation extrêmement marquée par formation des ponts entre particules et

d'autre part de diminuer considérablement la résistance spécifique de la boue, l'eau libre interstitielle libérée étant très rapidement drainable.

Le choix du flocculant dépend du procédé de déshydratation des boues qui dépend lui même de la finalité du traitement des boues.

3. Choix du flocculant

Un choix adéquat du conditionnement des boues est la base du bon fonctionnement d'un atelier de déshydratation.

Un nombre important de flocculants est disponible, et il faut généralement faire appel à des tests simples de floculation, de drainage et de pressage, pour choisir le produit le mieux adapté. Ces tests doivent permettre :

- de trouver le floc le plus différencié,
- de juger de la résistance mécanique du floc (Stahl, Stiborsky *et al.*, 1999),
- d'apprécier la bonne drainabilité de la boue flocculée,
- de tester la compression du floc drainé : estimation de l'aptitude ou non au fluage sous l'effet de la pression,
- De choisir le polymère le plus économique.

Afin de satisfaire ces objectifs, de nombreux tests ont été développés. Pour normaliser les méthodes de choix du polymère, la WERF (Water Environment Federation) a sélectionné 13 procédures à suivre (Queen-Harper, Dentel *et al.*, 1994). Parmi ces tests les plus couramment utilisés sont :

- L'électrophorèse : Cette technique consiste à observer le déplacement des colloïdes placés dans un champ électrique. L'appareil utilisé pour cette détermination est le Zétamètre (Degrémont, 1989) : il permet de mesurer la vitesse de déplacement des colloïdes. Les déterminations sont effectuées sur la boue seule, puis avec des doses croissantes de flocculant. Le potentiel Zêta des particules colloïdales peut-être calculé à partir de la vitesse et de la température. Dentel et Abu-Orf, 1994, montrent qu'une bonne floculation de la boue est obtenue quand le potentiel Zêta est voisin de zéro (Dentel et Abu-Orf, 1994).
- Le Jar-test ou test de floculation : Ce test permet de visualiser la floculation et de connaître ses effets sur la boue. Il doit être effectué à une température voisine de celle que possédera effectivement la boue au cours de son traitement industriel. Un flocculateur (Figure 108) permettant d'agiter simultanément, à une vitesse bien déterminée, la boue contenue dans une série de béciers est utilisée pour que les

résultats soient comparables. Un ou plusieurs flocculants sont ajoutés dans chaque bécher à des doses bien déterminées, le flocculant qui présente le meilleur résultat sera retenu. Ici on exprime le résultat selon la dose du réactif ajouté et l'aspect de floculation, une note est attribuée par l'opérateur à chaque bécher :

- 0 : pas de floc
- 2 : floc à peine visible, petits points,
- 4 : petit floc,
- 6 : floc de dimension moyenne,
- 8 : bon floc,
- 10 : très gros floc

Notons que dans cette technique de sélection, l'appréciation de la taille des floccs par l'opérateur est primordiale.

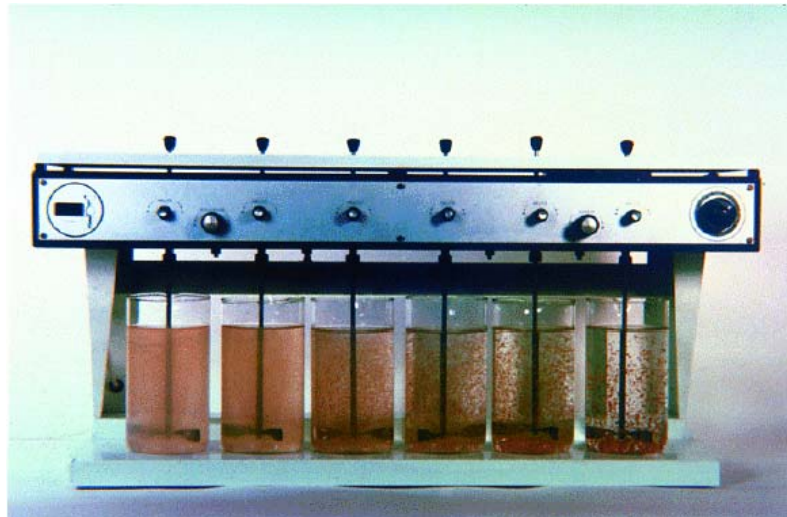


Figure 108 : Flocculateur à commande électrique équipé de variateur de vitesse et minuterie

- Examen de la sédimentation : Les deux techniques de mesures précédentes ne donnent pas d'information directe sur la vitesse de décantation des boues après ajout de polymère, or ce paramètre est très important pour la détermination du post-traitement. On effectue alors un test de sédimentation : deux cas se présentent
 - Floculation relativement peu abondante : si on laisse au repos les boues flocculées, chacune des particules se dépose comme si elle était seule, certaines à grande vitesse, d'autres à vitesses plus faibles. Le liquide se clarifie graduellement, un dépôt se forme au fond du bécher, c'est ce qu'on appelle une sédimentation libre ou diffuse témoin d'une mauvaise floculation.

- Floculation abondante : la sédimentation se produit sur l'ensemble des particules floculées laissant apparaître à la partie supérieure du bécher un liquide clair au dessus d'une couche boueuse, c'est ce qu'on appelle la sédimentation freinée ou en piston. Cette décantation témoigne d'un flocculant bien adapté à la boue étudiée.
- Essai de flottation : il est surtout pratiqué dans le cas des boues biologiques qui présentent la particularité d'être légères. A l'aide d'un ballon d'eau pressurisée, des volumes croissants d'eau sont introduits dans différents béchers où l'on a effectué, au préalable, la floculation des boues. Suivant la vitesse de montée des bulles et des floccs on apprécie la résistance et la cohésion des floccs formés.
- Test de filtrabilité : Ce test peut se faire de deux manières différentes ; soit sous vide soit sous pression. Il détermine la résistance spécifique sous un vide de 0,5 bar, le coefficient de compressibilité et la siccité limite de la boue. Il est généralement utilisé pour fixer les dosages optimaux de flocculant pour le dimensionnement des filtres industriels.
- Test C.S.T (Capillary Suction Time) : L'échantillon de boue floculée est soumis à une force de filtration engendrée par l'action capillaire d'un papier filtre absorbant. On détermine le temps nécessaire pour le passage du filtrat à travers le papier. Plus le temps de passage est petit, meilleure est la filtrabilité des boues. Ce test très rapide permet de comparer l'efficacité d'un conditionnement minéral des boues.

Le reste des procédures sert à déterminer avec exactitude les conditions de collecte des boues, d'ajout de flocculant et d'exploitation des résultats. Le nombre important de tests à appliquer témoigne de l'importance de cette étape de floculation, qui est déterminante en ce qui concerne le post-traitement des boues.

Annexe 4 : Destination finale des boues d'épuration

La valorisation des boues est souvent aléatoire et leur évacuation constitue presque toujours une charge d'exploitation importante. L'optimisation des frais de traitement et de transport des boues dépend des conditions d'écoulement du produit, des besoins en énergie, du prix de la main d'œuvre et des réactifs de conditionnement ajouté (floculants, chaux, talc...etc).

Les principales destinations des boues et sous produits de leur traitement sont les suivantes :

1. Amendements des sols : D'après le comité national sur l'épandage des boues, créé en 1998, l'amendement des sols reste du point de vue économique et environnemental la voie à privilégier (Mortgat, 1999), sous condition toutefois d'une amélioration de la qualité des boues et d'une professionnalisation de la filière. Jusqu'en 1992, les boues étaient considérées comme des matières fertilisantes. A partir du moment où elles étaient conformes à la norme NF44041, elles pouvaient être valorisées sans encadrement particulier. Le décret du 8 décembre 1997 a complètement changé le regard envers les boues qui sont considérées actuellement comme des déchets et non comme produit fertilisant (Mizier, 1997). En général pour être épandues les boues doivent atteindre une siccité supérieure à 30%.

2. Récupération de produits : Quand les boues contiennent des éléments qui peuvent être recyclés, comme les fibres et des protéines, il existe des procédés spécifiques pour la récupération de ces éléments.

3. Récupération d'énergie : La récupération d'énergie n'est pas normalement le premier but du traitement des boues. L'emploi des boues comme combustible exportable en dehors de l'usine d'épuration est rare.

4. Décharge : C'est une technique en voie de disparition suite aux nouvelles normes européennes. Il y a encore quelques années, la décharge était la destination finale la plus fréquente des boues produites. Cette technique d'évacuation des boues est encore très appliquée dans les pays en voie de développement et nécessite une boue dont la siccité ne va pas plus bas que le seuil de 30%.

5. Rejet en mer : Le choix d'un rejet en mer nécessite au préalable un examen minutieux et prolongé des courants ainsi que des études bactériologiques, biologiques et piscicoles de qualité.

6. Réinjection dans le sol : Cette solution est envisagée pour les boues toxiques. Elle consiste à injecter les boues à l'état liquide à grande profondeur dans les poches poreuses du sous-sol isolées entre des couches continues perméables. Une étude géologique très sérieuse est indispensable pour ce genre de pratique.

Annexe 5 : Théorie de la centrifugation

1. Principe

Nous avons expliqué en annexe 1 les lois qui gèrent la décantation statique. Par le même principe, les machines tournantes appliquent une sédimentation accélérée des particules sous l'action de la force centrifuge.

Nous rappelons que selon la loi de Stokes (Rivet, 1981), les particules solides décantent sous l'action de l'accélération de la pesanteur selon une vitesse de chute v_c qui est :

$$v_c = \frac{d_p^2 * (\rho_p - \rho_f)}{18 * \eta} * g \text{ (m.s}^{-1}\text{)}$$

La méthode la plus simple pour augmenter la vitesse de sédimentation étant l'accroissement de l'accélération de la pesanteur g . La centrifugation consiste à appliquer une force centrifuge sur les particules d'une suspension boueuse pour provoquer leur décantation accélérée, aboutissant à l'obtention de deux phases : le sédiment (ou culot de centrifugation) et le centrat (liquide surnageant).

2. Théorie de la centrifugation

Dans une enceinte cylindrique, l'accélération centrifuge γ (m.s^{-2}) dépend de la vitesse angulaire ω (rad.s^{-1}) et la distance R (m) par rapport à l'axe de rotation (Figure 109).

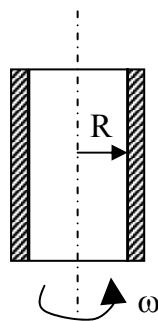


Figure 109 : Schéma simplifié d'une enceinte cylindrique en rotation

L'accélération γ s'écrit sous la forme :

$$\gamma = R * \omega^2 \text{ (m.s}^{-2}\text{)}$$

Ce qui peut s'exprimer en nombre de tour par minute N , sachant que $\omega = (2\pi/60) * N$

$$\gamma = R * \omega^2 = R * \left(\frac{2\pi}{60}\right)^2 * N^2 \text{ (m.s}^{-2}\text{)}$$

L'accélération engendrée par une séparation centrifuge est toujours exprimée par référence au champ de gravitation terrestre g , sous le nom de nombre de g :

$$G = \text{nombre de } g = \frac{\omega^2 * R}{g}$$

G est sans dimension

En général une décanteuse à axe horizontal est symbolisée par le schéma de la Figure 110. Le bol tourne autour de son axe horizontal à une vitesse N (comprise entre 2500 et 5000 tours par minute), cette rotation induit une force centrifuge qui fait décanter les particules en suspension dans le produit à traiter.

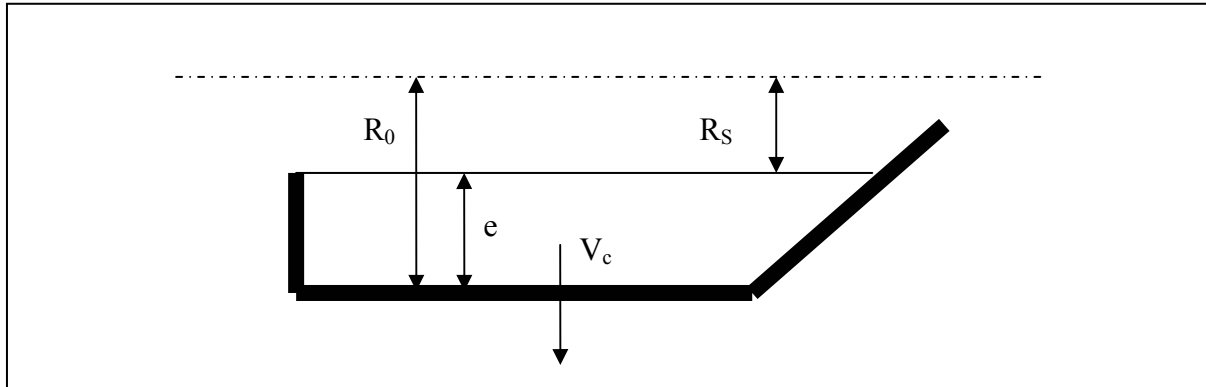


Figure 110 : Présentation simple d'un décanteur centrifuge

Afin de faciliter les calculs de la nouvelle vitesse de sédimentation, certaines hypothèses sont nécessaires (Rivet, 1981; Stahl et Langeloh, 1984) :

- La suspension est homogène à son entrée dans la centrifugeuse.
- La suspension acquiert instantanément la vitesse du bol.
- La répartition de la suspension est uniforme sur une même section droite de l'appareil.
- Les interactions entre les particules de la suspension sont négligeables.
- Les écoulements sont laminaires.

La loi de Stokes définit la vitesse de sédimentation des boues, v_c :

$$v_c = \frac{(\rho_p - \rho_f) * \omega^2 * R * d_p^2}{18 * \eta} \quad (\text{m.s}^{-1})$$

La décanteuse est équipée d'une vis pour drainer les boues déshydratées. En considérant que la vitesse de convoyage des boues est négligeable en regard de leur vitesse de sédimentation, due au champ centrifuge, on peut écrire que la vitesse de sédimentation est égale à :

$$v_c = \frac{\partial R}{\partial t}$$

$$\text{Ainsi : } \partial t = \frac{18 * \eta}{(\rho_p - \rho_f) * \omega^2 * d_p^2} * \frac{\partial R}{R} \quad (\text{s})$$

En intégrant cette équation entre $t = 0$ (instant où les particules entrent dans le bol au niveau R_s , niveau de débordement) et l'instant t où les particules se déposent sur la paroi intérieure on a :

$$\int_0^t \partial t = \int_{R_s}^{R_0} \frac{18 * \eta}{(\rho_p - \rho_f) * \omega^2 * d_p^2} * \frac{\partial R}{R}$$

$$D'où \Delta t = \frac{18 * \eta}{(\rho_p - \rho_f) * \omega^2 * d_p^2} * \ln\left(\frac{R_0}{R_s}\right) \text{ (s)}$$

On obtient ainsi le temps théorique de décantation des particules dans le bol, le temps de séjour moyen du produit dans la centrifugeuse est supérieur à ce temps de décantation (Schnittger, 1970).

Cette approche permet de déterminer le débit maximal d'alimentation de la machine. En effet en divisant le volume du bol, V_{bol} , par le temps de décantation des particules, qui est la limite inférieure du temps de séjour dans la machine, on obtient le débit maximal admissible nécessaire à la bonne séparation du produit :

$$Q = \frac{V_{bol}}{\Delta t} = \frac{(\rho_p - \rho_f) * \omega^2 * d_p^2 * V_{bol}}{18 * \eta * \ln\left(\frac{R_0}{R_s}\right)} \text{ (m}^3 \cdot \text{s}^{-1}\text{)}$$

L'expérience de décantabilité des boues expliquée plus haut, donne la vitesse d'interface de séparation liquide-boue :

$$V_i = \frac{(\rho_p - \rho_f) * g * d_p^2}{18 * \eta} \text{ (m} \cdot \text{s}^{-1}\text{)}$$

Le débit limite peut alors s'écrire $Q = V_i * \frac{\omega^2 * V_{bol}}{g * \ln\left(\frac{R_0}{R_s}\right)}$ (m³.s⁻¹), il est généralement noté

$Q = V_i * \Sigma$ qui nous rappelle l'équation du débit d'alimentation d'un décanteur statique

alimenté en continu avec $\Sigma = \frac{\omega^2 * V_{bol}}{g * \ln\left(\frac{R_0}{R_s}\right)}$ (m²) qui est l'aire équivalente théorique qui

représente la surface théorique du décanteur statique qui traiterait le même débit avec le même diamètre des particules. On l'appelle le plus souvent la surface équivalente (Σ), ou encore l'aire équivalente théorique de clarification. Cette théorie, connue sous le nom de la théorie sigma est issue des travaux d'Ambler et Hebb (1949).

Cette notion d'aire équivalente théorique de clarification permet d'approcher le dimensionnement d'une machine pour un débit fixe de boues à traiter. Cette approche doit être réalisée avec prudence vu les nombreuses hypothèses restrictives faites au départ et la complexité de la géométrie de certaines centrifugeuses (Stahl et Langeloh, 1984).

Pour rendre plus facilement exploitable cette notion d'aire équivalente on peut faire certaines approximations. En considérant e la hauteur de l'anneau liquide (Figure 110), on a : $R_s = R_0 - e$ or $R_0 \gg e$ ce qui permet une simplification au niveau de l'expression de

$$\ln\left(\frac{R_0}{R_s}\right) :$$

$$\ln\left(\frac{R_0}{R_s}\right) = \ln\left(\frac{R_0}{R_0 - e}\right) = -\ln\left(1 - \frac{e}{R_0}\right) \approx \frac{e}{R_0}$$

La formule de l'aire équivalente théorique se trouve donc exploitable sous la forme :

$$\Sigma = \frac{V_{bol} * \omega^2 * R_0}{g * e} \text{ (m}^2\text{)}$$

On voit selon cette équation tout l'intérêt des centrifugeuses, la vitesse de rotation appliquée fait accroître considérablement la surface équivalente de décantation qui permet un gain de place et d'énergie considérable.

Annexe 6 : module de régulation de la vitesse relative par la mesure du couple

La Figure 111 présente un schéma fonctionnel simplifié du régulateur de vitesse.

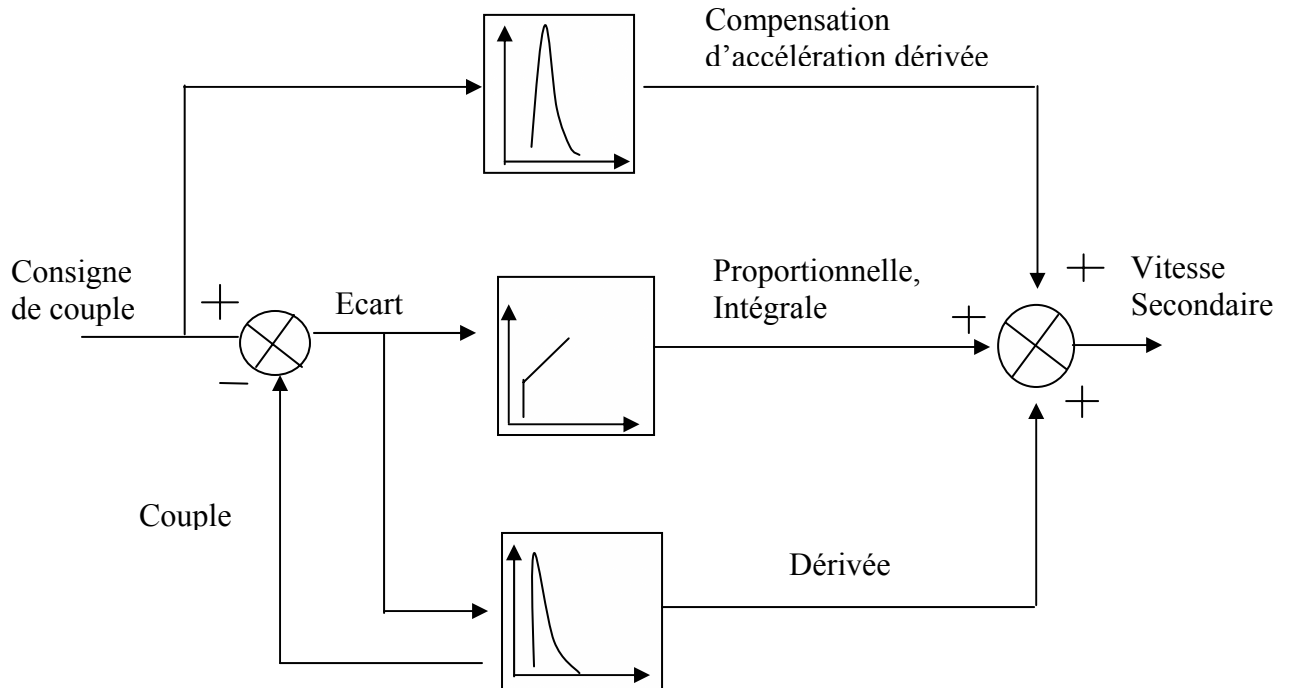


Figure 111 : Schéma de régulateur de vitesse

Les performances de ce système de contrôle peuvent être modulées suivant :

- Le gain proportionnel : C'est le gain relatif du régulateur du couple. Par exemple s'il est égal à 1, toute variation de 10% de l'écart de couple (consigne – valeur mesurée) amènera la sortie du régulateur à faire varier la vitesse secondaire de 10%. Il faut faire attention avec ce paramètre car un gain important peut provoquer une oscillation de la vitesse.
- Le temps d'intégration : C'est lui qui définit le rythme de variation de la sortie du régulateur lorsque l'écart du couple est constant. Plus le temps d'intégration est court, plus la correction de l'écart de vitesse est rapide. Un temps d'intégration très court compromet la stabilité de la régulation.

La consigne du couple est déterminée expérimentalement. Lors de la mise en route de la machine, l'opérateur trace la courbe de corrélation entre le couple et la siccité. L'expérience de Guinard Centrifugation montre que cette relation est répétable, la courbe de la Figure 112 présente un exemple de corrélation tiré des documents de Guinard Centrifugation.

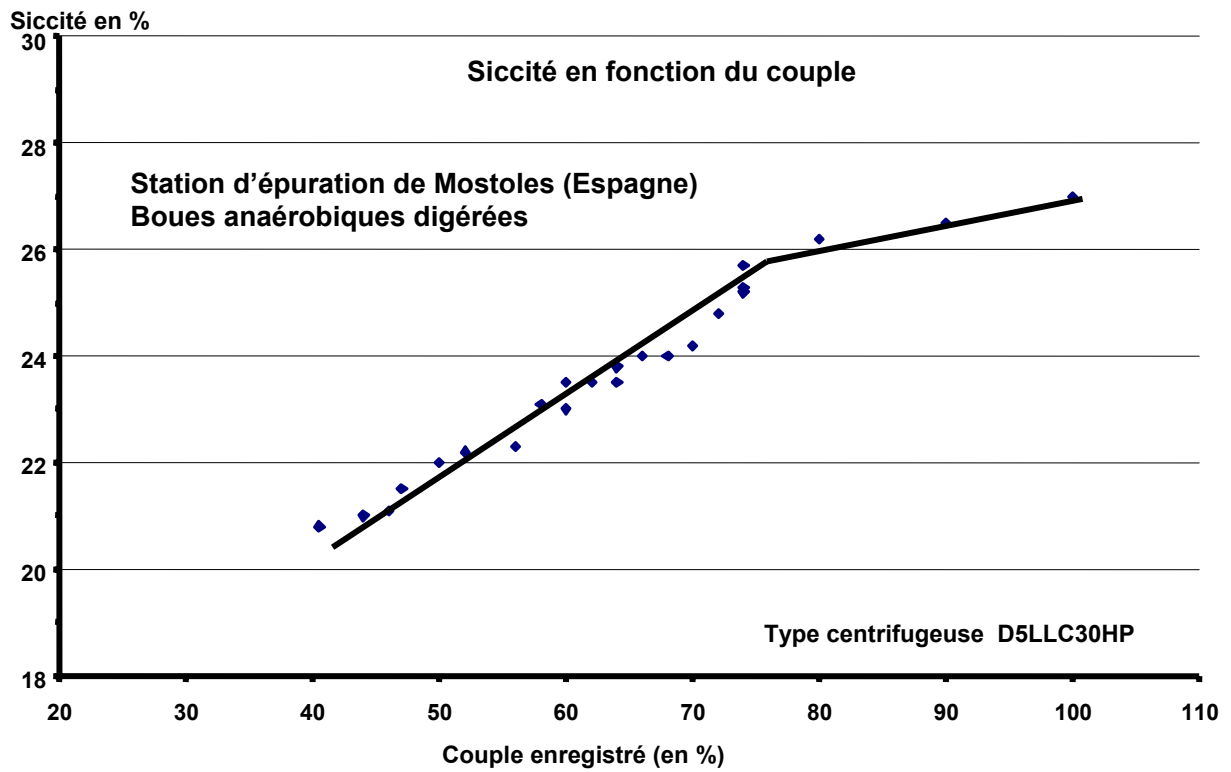


Figure 112 : Relation empirique couple / siccité (document Guinard)

Ainsi, l'opérateur détermine la consigne du couple à programmer dans le régulateur afin d'avoir une siccité constante répondant au cahier des charges de l'exploitant de la station d'épuration.

Annexe 7 : Système d'acquisition installé sur le site de Châteauroux

Le marché actuel des cartes d'acquisition présente une large gamme de produit. Nous avons choisi l'OPTO 22 pour ses caractéristiques qui répondent à nos besoins. Cet appareil est composé d'une tête de station qui centralise les informations d'entrées/sorties, et de plusieurs modules d'intégration du signal. Ce système a la capacité de communiquer avec de nombreux équipements employant Modbus, TCP/IP, SNMP, SMTP et d'autres protocoles, donc une connexion simple avec un micro-ordinateur pour l'enregistrement des données. Nous pouvons aussi rattacher la tête de station aux réseaux Ethernet existants, facilitant l'ajout de fonctions de contrôle et visualisation à distance. Toutes ces qualités ajoutées au prix raisonnable de l'appareil justifient largement notre choix.

Comme présenté précédemment, les mesures suivantes sont effectuées sur la station d'épuration de Châteauroux :

- Vitesse du bol, vitesse secondaire, vitesse relative et valeur du couple: Récupérées en numérique sur le calculateur de la centrifugeuse (Stardec).
- Le débit des boues à l'entrée de la machine : en 4-20 mA récupéré sur le débitmètre en sortie de la pompe des boues.
- Le débit de polymère à l'entrée de la machine : en 4-20 mA récupéré sur le débitmètre en sortie de la pompe de polymère.
- Autres mesures : concernant les instruments de mesures que nous installerons plus tard.

Nous avons ensuite programmé la centrale d'acquisition pour pouvoir communiquer facilement avec le PC, le protocole de communication choisi est de type TCP/IP. Le développement du logiciel d'acquisition est effectué avec une programmation en langage C sous Linux.

Comme nous ignorions au début des essais la dynamique de la centrifugeuse, nous avons choisi une fréquence d'acquisition de 100 ms, qui correspond à la fréquence minimale que peut supporter le calculateur de Guinard (Stardec).

Pour pouvoir travailler sans interférence avec l'armoire électrique de la centrifugeuse, nous avons installé une nouvelle armoire contenant la carte d'acquisition (Figure 113).

En tout nous avons installé :

- Un module numérique.

- 4 modules d'entrée 4-20 mA.
- 2 modules de sorties 0-20 mA pour une éventuelle commande.
- 1 module de type TOR (tout ou rien) pour pouvoir mettre en marche ou arrêter la machine à distance.

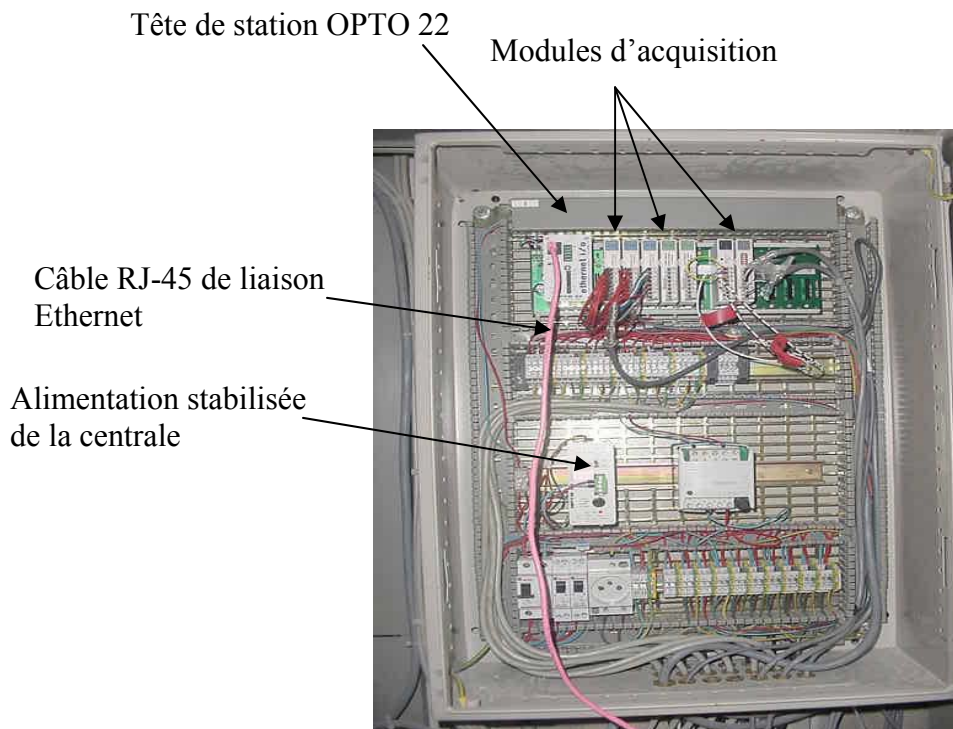


Figure 113 : Armoire électrique de la carte d'acquisition

Annexe 8 : Etude des caractéristiques physique de la boue de Châteauroux

Avec la collaboration de l'IFTS (Institut de Filtration et des Techniques Séparatives), nous avons effectué des tests spécifiques sur la boue de Châteauroux. Les expériences réalisées visaient à créer une banque de données sur la boue de la station de Châteauroux susceptible d'être utilisées par le modèle global développé à l'IFTS pour décrire la séparation dans une décanteuse à vis.

Matériels et méthodes

Deux types d'outils ont été utilisés :

- Une colonne de sédimentation permettant d'obtenir l'évolution de la vitesse de sédimentation en fonction de la concentration en solides (Figure 114).

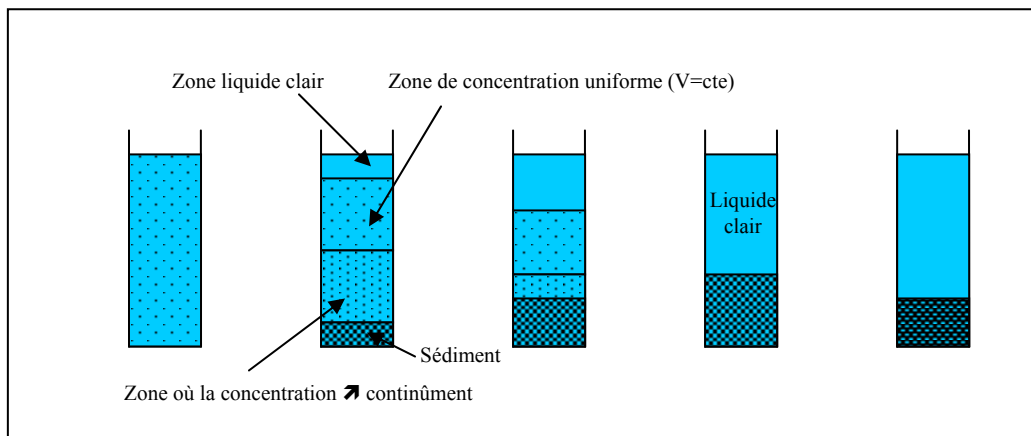


Figure 114 : Essai de sédimentation.

- Une Cellule de Filtration-Compression (CFC), utilisée pour évaluer la « filtrabilité » de la boue. Nous pouvons à partir des résultats obtenus à différentes pression déduire les données de compression de la boue. Dans le cadre de cette étude, il s'agit essentiellement d'obtenir l'évolution de la porosité en fonction de la pression appliquée sur la boue (Figure 115).

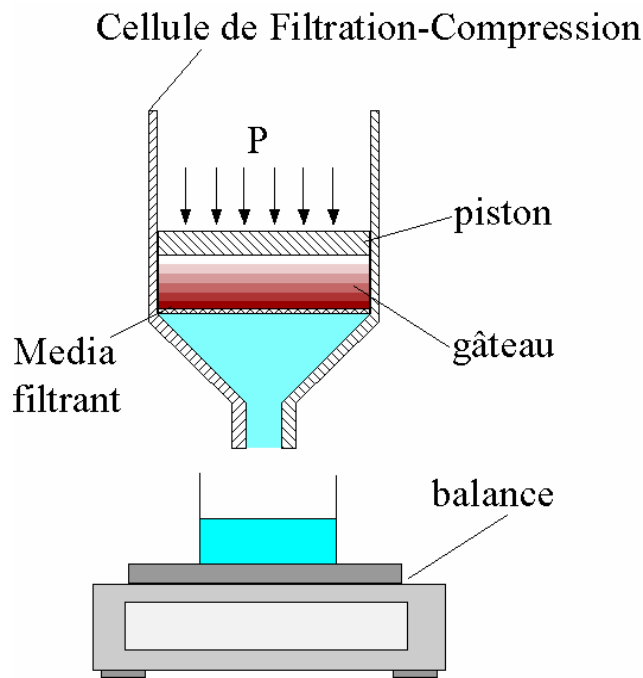


Figure 115 : Cellule de Filtration-Compression.

La boue de la station de Châteauroux à une concentration légèrement inférieure à 30g.L^{-1} et les solides ont une masse volumique $\rho_s = 1260 \text{ kg.m}^{-3}$.

Les détails des essais et le protocole expérimental seront expliqués dans la partie résultats et discussion.

Principaux résultats & discussion

1. Sédimentation

1.1. Description de l'essai :

On prépare un échantillon de boue floculée (dans des conditions proches de celles de la station d'épuration). Cet échantillon est ensuite placé dans une cuve (faiblement) agitée de manière à assurer une bonne homogénéité de la suspension sans pour autant déstructurer les floes. La suspension est alors aspirée dans la colonne jusqu'au niveau souhaité à l'aide d'une pompe à vide. On ouvre un court instant la vanne de purge pour provoquer l'entrée d'une ou deux grosses bulles d'air, ce qui permet d'assurer que la suspension est parfaitement homogène juste avant le début de l'essai. Dès que les bulles ont atteint la surface de la suspension on déclenche l'essai. L'enregistrement du niveau de l'interface liquide clair/liquide chargé permet de tracer la courbe de sédimentation de la suspension.

Au cours de la sédimentation, on voit apparaître trois zones qui sont bien décrites par la théorie de Kynch (dans la théorie de Kynch, on suppose que la vitesse de sédimentation est fonction uniquement de la concentration). La première zone, de concentration constante, et dans laquelle toutes les particules chutent à la même vitesse (sédimentation en masse) est

située juste en dessous de l'interface liquide clair/suspension. Au fond de la colonne se constitue la couche de sédiments. Entre les deux, apparaît une zone dans laquelle la concentration est variable avec la hauteur. La courbe de sédimentation est donc initialement linéaire (les particules chutent à la même vitesse dans la zone de concentration constante égale à la concentration initiale), se produit ensuite un ralentissement lié au fait que la zone de concentration constante a disparu, et que seules persistent la zone de concentration variable et la couche de sédiment. La pente en chaque point de la courbe de sédimentation permet de calculer la vitesse de sédimentation (Figure 116).

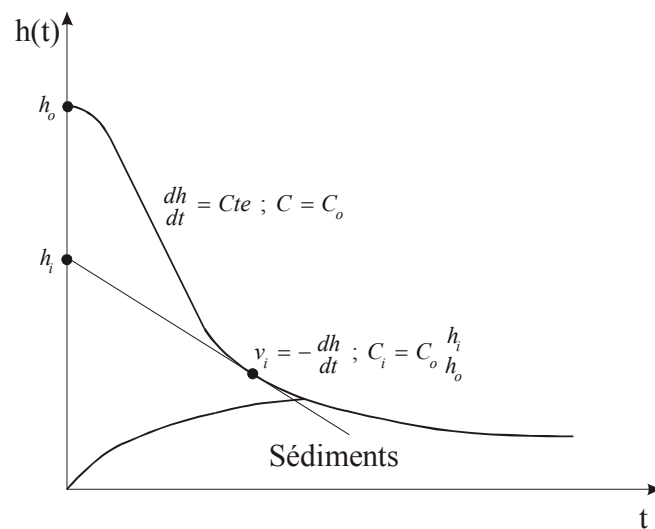


Figure 116 : Courbe de sédimentation.

Dans la première partie de la courbe qui est linéaire, on obtient la vitesse de sédimentation pour la concentration initiale C_0 . Au niveau du ralentissement, la pente (et donc la vitesse de sédimentation) varie d'un point à un autre et la construction de Kynch permet alors de calculer la concentration correspondant. L'analyse de la courbe de sédimentation permet donc d'obtenir l'expression de la vitesse de sédimentation pour une certaine gamme de concentration

1.2. Courbe de sédimentation

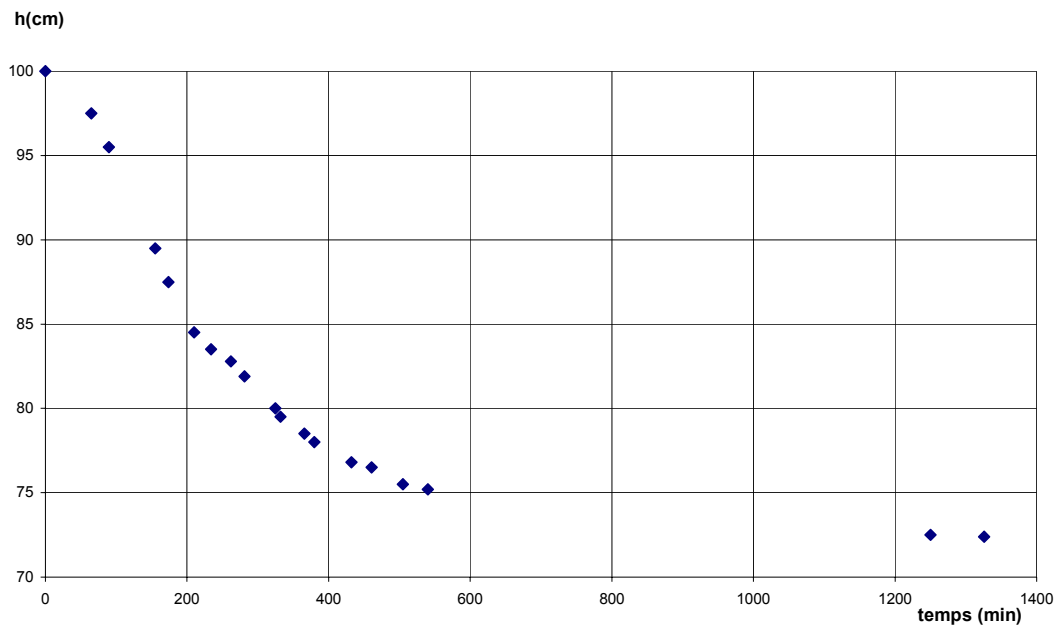


Figure 117 : Courbe de sédimentation (boue de station).

L'essai a été réalisé à la même concentration que celle de la station d'épuration, à savoir approximativement 30 g.L^{-1} . La courbe de sédimentation obtenue est donnée sur la Figure 117.

L'évolution de la boue au cours du temps n'a pas permis de faire varier la concentration de la boue. La construction de Kynch appliquée à la courbe de sédimentation donne, néanmoins, la vitesse de sédimentation dans une gamme de concentration allant approximativement de 27 à 37 g.L^{-1} (Figure 118). L'équation de Colin permet de décrire l'évolution de la vitesse de sédimentation sous la forme $v = \alpha C^{-\beta}$, où α et β sont deux paramètres déterminés expérimentalement. Dans le cas de la boue de la station de Châteauroux, on obtient :

$$\alpha = 1966,7 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} \cdot (\text{g} \cdot \text{L}^{-1})^{\beta}$$

$$\beta = 5,13$$

On constate que l'équation de Colin représente correctement la courbe (Figure 118). Il est généralement constaté que le paramètre α est d'autant plus élevé que la floculation est bonne ce qui permet d'effectuer un classement des floculants.

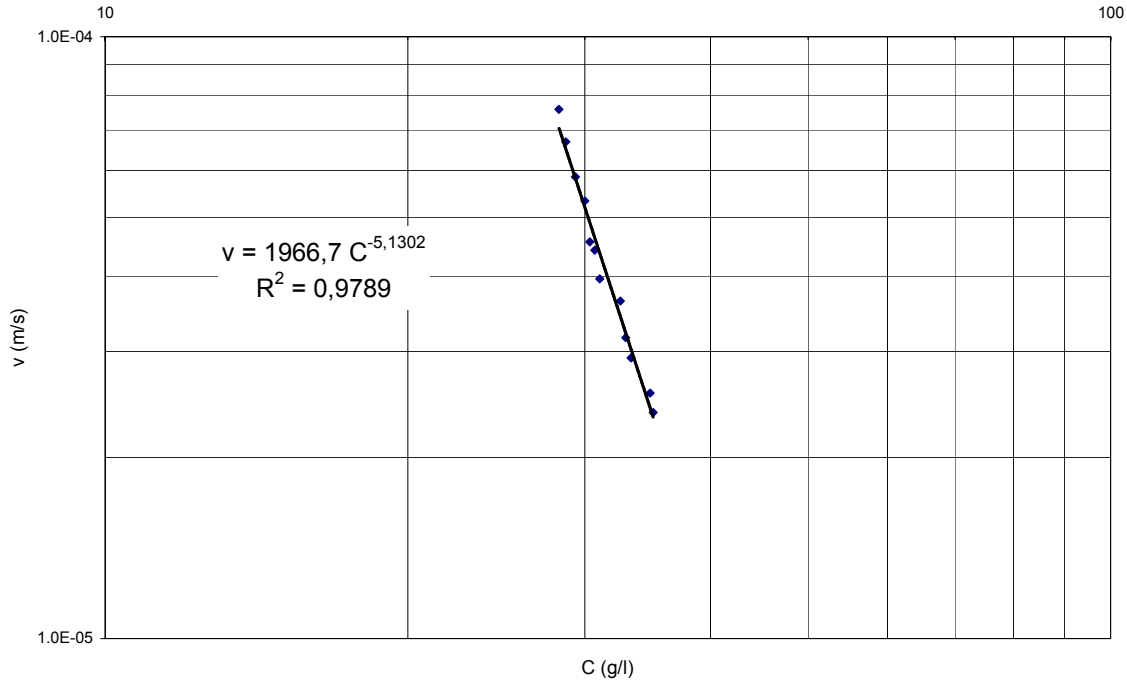


Figure 118 : Vitesse de sédimentation en fonction de la concentration de la boue.

2. Cellule de Compression-Perméabilité (CCP)

2.1. Description de l'essai

Pour un essai en CCP, on forme, en principe, le gâteau par filtration gravitaire. Une fois le gâteau formé, on place le piston creux sur le gâteau, la surface de celui-ci ayant été préalablement munie d'une toile filtrante. On peut placer différentes charges sur le piston, afin de comprimer le gâteau. Pour une charge donnée, l'équilibre mécanique ayant été atteint (l'épaisseur du gâteau ne variant plus ainsi que le débit de filtrat évalué à pression constante), on mesure la hauteur L du gâteau pour en déduire la porosité moyenne $\langle \varepsilon \rangle$ et le débit de filtrat permet d'évaluer la perméabilité k du gâteau en utilisant la loi de Darcy et sa résistance spécifique α moyenne :

$$\langle \varepsilon \rangle = \frac{LS - \frac{M_\sigma}{\rho_\sigma}}{LS}, \text{ où } M_\sigma \text{ est la masse de solide dans le gâteau et } \rho_\sigma, \text{ la masse volumique des solides.}$$

$$k = \frac{Q}{S} \frac{\mu L}{\Delta P}, \text{ où } Q \text{ est le débit-volume de filtrat, } \mu, \text{ la viscosité du liquide et } \Delta P \text{ la différence de pression aux bornes du gâteau.}$$

$$\alpha = \frac{1}{k(1 - \langle \varepsilon \rangle) \rho_\sigma}$$

Dans le cas de la boue de station de Châteauroux, le gâteau a été formé non pas par filtration gravitaire mais en appliquant une charge sur la suspension au moyen du piston pour accélérer le processus. De plus, l'équilibre mécanique, pour une charge donnée, n'était atteint qu'au bout d'un temps très long ce qui a limité considérablement le nombre d'essais ainsi que la qualité des résultats (évolution de la boue, l'équilibre était-il vraiment atteint ?...)

2.2. Données de compression

L'essai effectué avec une CCP donne accès aux données de compression du produit qui concernent l'évolution de la porosité et de la résistance spécifique avec la pression solide. En raison des difficultés évoquées ci-dessus, seulement un nombre de points limité a pu être obtenu. Sur la Figure 119, on a reporté l'évolution de la porosité moyenne en fonction de la pression solide.

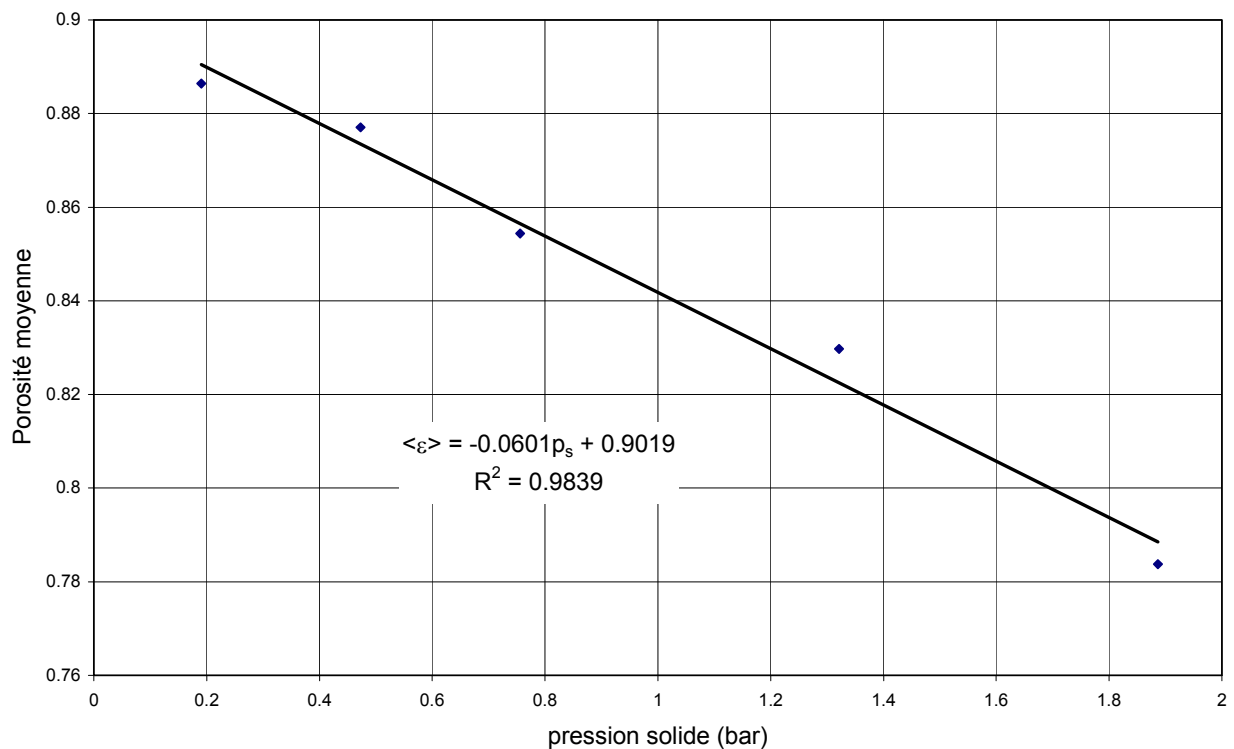


Figure 119 : Évolution de la porosité moyenne en fonction de la pression solide.

On trouve généralement dans la littérature, des variations qui suivent une loi de puissance. Dans le cas des résultats présentés ci-dessus, la porosité moyenne semble varier linéairement avec la pression solide.

De même, sur la Figure 120, on a représenté l'évolution de la résistance spécifique du gâteau en fonction de la pression solide. On remarque que les données expérimentales ne sont pas cohérentes. Le point obtenu pour une pression solide de 1,3 bar est aberrant. Si on élimine ce point, la variation de la résistance spécifique du gâteau avec la pression solide n'est pas alors représentative d'un système compressible comme une boue résiduaire urbaine (on obtient une indice de compressibilité d'environ 0,26 correspondant à un milieu peu compressible) :

$$\alpha = \alpha_o \left(\frac{p_s}{p_o} \right)^n$$

où α_o est la résistance spécifique pour une pression solide de 1 bar, p_o est égal à

1 bar, p_s la pression solide exprimée en bar et n l'indice de compressibilité.

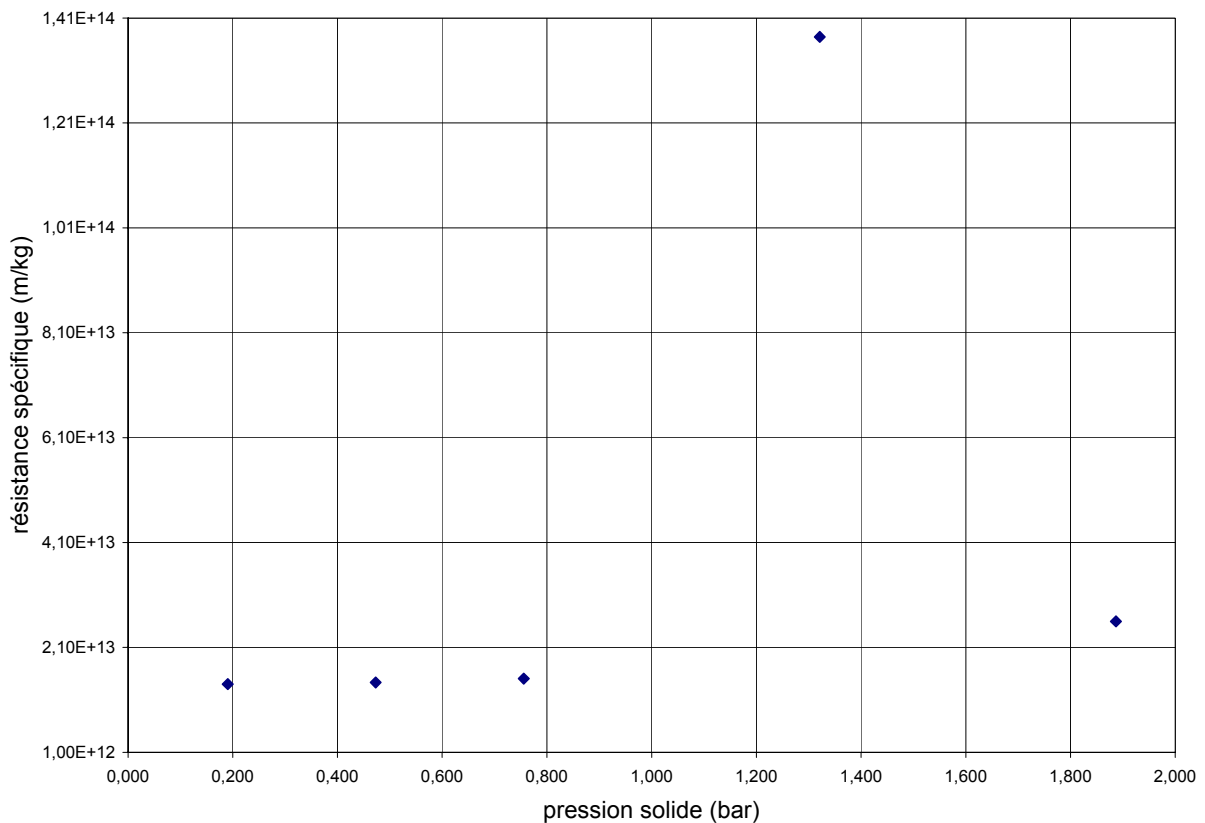


Figure 120 : Évolution de la résistance spécifique du gâteau en fonction de la pression solide.

Annexe 9 : Protocoles de mesure des matières en suspension et des matières sèches

Définition : Les matières en suspension sont les matières éliminées par filtration ou centrifugation, dans des conditions définies par l'analyste. Nous avons choisi dans cette partie d'appliquer les normes de dosage des matières en suspension dans les eaux usées et les effluents. Ces modes de mesure sont applicables pour le cas du centrat et des boues à l'entrée de la centrifugeuse.

1. Méthode par centrifugation (NF T 90-105-2)

Matériel utilisé

- Centrifugeuse de laboratoire permettant une séparation nette des phases après une durée de fonctionnement de 10 minutes, à 4000 tr.min⁻¹, munie de pots de 80 mL.
- Etuve dont la température peut être maintenue à 105°C±2°C.
- Balance analytique d'une précision de 0,1 mg.

Mode opératoire :

- Avant l'analyse, l'échantillon est homogénéisé en agitant le contenu par une spatule.
- Remplir deux pots par 160 mL de boues.
- Centrifuger les échantillons pendant 10 minutes dans la centrifugeuse laboratoire
- Recueillir le culot dans une capsule préalablement séchée à 105°C jusqu'à masse constante, refroidie dans le dessiccateur et pesée à 0,5 mg près. Rincer les pots de centrifugeuse deux fois, avec chaque fois environ 20 mL d'eau distillée et recueillir les eaux d'entraînement dans la capsule.
- Sécher ensuite la capsule et son contenu à 105°C pendant au moins 24 heures.
- Laisser refroidir la capsule dans le dessiccateur et peser à 0,5 mg près.
- Répéter l'opération de séchage, de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives n'excède pas 0,5 mg.

Cette méthode est généralement utilisée pour la caractérisation des boues à l'entrée des machines, elle est effectuée de deux manières : avec ou sans ajout de polymère. La concentration en matières en suspension est donnée par la formule :

$$C_b = \frac{(b - a) * 1000}{V} \text{ (mg.L}^{-1}\text{)}$$

Où :

- C_b est la teneur en matières en suspension, en milligrammes par litre ;

- V est le volume, en millilitres, de la prise d'essai (volume dans les godets) ;
- a est la masse, en milligramme, de la capsule vide ;
- b est la masse, en milligramme, de la capsule et de son contenu après séchage à 105°C ;

2. Méthode par filtration sur filtre en fibres de verre (NF EN 872)

La limite inférieure de cette méthode de dosage est d'environ 2 mg.L⁻¹, ce qui est acceptable dans le cadre de notre étude puisque nous voudrions mesurer la concentration à 0,1 g.L⁻¹ près.

Matériels utilisés

- Un équipement de filtration sous vide.
- Un filtre en fibre de verre.
- Etuve dont la température peut être maintenue à 105°C±2°C.
- Balance analytique d'une précision de 0,1 mg.

Mode opératoire

- Laisser les échantillons s'équilibrer à température ambiante.
- S'assurer que le filtre satisfait à l'exigence voulant que la perte de masse ne dépasse pas 0,3 mg (un essai par des solutions tampon peut être effectué).
- Laisser le filtre s'équilibrer à température ambiante à proximité de la balance.
- Placer le filtre dans le dispositif de filtration.
- Agiter vigoureusement le flacon et transférer immédiatement et d'un seul coup un volume de 100 mL préparé dans une éprouvette graduée (précision de 2%).
- Filtrer l'échantillon puis rincer l'éprouvette graduée avec environ 20 mL d'eau distillée et utiliser cette portion pour laver le filtre.
- Sécher le filtre et son contenu pendant 24 h à l'étuve.

Cette méthode est généralement utilisée pour caractériser la concentration du centrat. La concentration en matières en suspension est donnée par la formule suivante :

$$C_c = \frac{(b - a) * 1000}{V} \text{ (mg.L}^{-1}\text{)}$$

Où :

- C_c est la teneur en matières en suspension, en milligrammes par litre ;
- b est la masse du filtre après filtration, en milligrammes ;
- a est la masse du filtre avant filtration, en milligrammes ;
- V est le volume de l'échantillon, en millilitres.

Dans le cas où la méthode par filtration serait inapplicable pour le centrat (volume filtré inférieur à 100 mL), nous utilisons la méthode par centrifugation.

3. Méthode et protocole de mesure de la siccité des boues déshydratées

Définition : La teneur en matières sèches est la proportion en matières sèches contenues dans la boue, obtenue à la suite d'un processus de séchage spécifié. Elle s'exprime en pour cent ou en gramme par kilogramme.

Mode opératoire :

Une quantité fixe de boues déshydratées est séchée jusqu'à une masse constante, dans une étuve à 105°C pendant 24 h. La différence de masse avant et après le processus de séchage est utilisée pour calculer la teneur en matière sèche.

$$C_s = \frac{(m_c - m_a)}{(m_b - m_a)} * 100 \text{ (\%)}$$

Où :

- C_s est la teneur en matière sèche de l'échantillon de boues en pour cent ou en grammes par kilogramme.
- m_a est la masse de la capsule d'évaporation, en grammes :
- m_b est la masse de la capsule d'évaporation contenant l'échantillon de boues, en grammes ;
- m_c est la masse de la capsule d'évaporation contenant la matière sèche de l'échantillon de boues, en grammes ;

Annexe 10 : Bases de règles simplifiées

Base 1

| Boues Centrat | TH | N | TS |
|---------------|---|--|---|
| C | R1 Diminuer V_r de 10% ET Augmenter D_p de 10% ET Augmenter V_a de 10% | R2 Objectif atteint | R3 Augmenter V_r de 10% ET Diminuer D_p de 10% ET Diminuer V_a de 10% |
| T | R4 Diminuer V_r de 10% ET Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R5 Augmenter V_r de 10% ET Augmenter D_p de 10% | R6 Augmenter V_r de 10% ET Vérifier l'anneau liquide |
| No | R7 Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R8 Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R9 |

Base 2

| Boues Centrat | TH | N | TS |
|---------------|---|--|---|
| C | R1 Diminuer V_r de 10% ET Augmenter D_p de 10% ET Augmenter V_a de 10% | R2 Objectif atteint | R3 Augmenter V_r de 10% ET Diminuer D_p de 10% ET Diminuer V_a de 10% |
| T | R4 Diminuer V_r de 10% ET Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R5 Augmenter V_r de 10% ET Augmenter D_p de 10% | R6 Augmenter V_r de 10% ET Vérifier l'anneau liquide |
| No | R7 Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R8 Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R9 |

Base 3

| Boues Centrat | TH | N | TS |
|---------------|--|---|---|
| C | R1 Diminuer V_r de 10% ET Augmenter D_p de 10% | R2 Diminuer D_p de 10% ET Diminuer V_a de 10% | R3 Augmenter V_r de 10% ET Diminuer D_p de 10% ET Diminuer V_a de 10% |
| T | R4 Augmenter V_r de 10% ET Augmenter D_p de 10% ET Augmenter V_a de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R5 Augmenter V_r de 10% ET Diminuer D_p de 10% ET Augmenter V_a de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R6 Augmenter V_r de 10% ET Diminuer D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide |
| No | R7 Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R8 Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R9 |

Base 4

| Boues Centrat | TH | N | TS |
|---------------|---|---|---|
| C | R1 Diminuer V_r de 10% ET Diminuer D_p de 10% | R2 Diminuer D_p de 10% ET Diminuer V_a de 10% | R3 Augmenter V_r de 10% ET Diminuer D_p de 10% ET Diminuer V_a de 10% |
| T | R4 Diminuer V_r de 10% ET Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R5 Augmenter V_r de 10% ET Diminuer D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R6 Augmenter V_r de 10% ET Diminuer D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide |
| No | R7 Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R8 Augmenter D_p de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R9 |

Base 5

| Boues Centrat | TH | N | TS |
|---------------|--|---|--|
| C | R1 Diminuer V_r de 10% ET Diminuer D_b de 10% ET Augmenter V_a de 10% | R2 Objectif atteint | R3 Augmenter V_r de 10% ET Augmenter D_b de 10% ET Diminuer V_a de 10% |
| T | R4 Diminuer V_r de 10% ET Diminuer D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R5 Augmenter V_r de 10% ET Diminuer D_b de 10% | R6 Augmenter V_r de 10% ET Vérifier l'anneau liquide |
| No | R7 Diminuer D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R8 Diminuer D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R9 |

Base 6

| Boues Centrat | TH | N | TS |
|---------------|--|---|--|
| C | R1 Diminuer V_r de 10% ET Diminuer D_b de 10% ET Augmenter V_a de 10% | R2 Objectif atteint | R3 Augmenter V_r de 10% ET Augmenter D_b de 10% ET Diminuer V_a de 10% |
| T | R4 Diminuer V_r de 10% ET Diminuer D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R5 Augmenter V_r de 10% ET Diminuer D_b de 10% | R6 Augmenter V_r de 10% ET Vérifier l'anneau liquide |
| No | R7 Diminuer D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R8 Diminuer D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R9 |

Base 7

| Boues Centrat | TH | N | TS |
|---------------|---|--|--|
| C | R1 Diminuer V_r de 10% ET Diminuer D_b de 10% | R2 Augmenter D_b de 10% ET Diminuer V_a de 10% | R3 Augmenter V_r de 10% ET Augmenter D_b de 10% ET Diminuer V_a de 10% |
| T | R4 Augmenter V_r de 10% ET Diminuer D_b de 10% ET Augmenter V_a de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R5 Augmenter V_r de 10% ET Augmenter D_b de 10% ET Augmenter V_a de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R6 Augmenter V_r de 10% ET Augmenter D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide |
| No | R7 Diminuer D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R8 Diminuer D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R9 |

Base 8

| Boues Centrat | TH | N | TS |
|---------------|--|--|--|
| C | R1 Diminuer V_r de 10% ET Augmenter D_b de 10% | R2 Augmenter D_b de 10% ET Diminuer V_a de 10% | R3 Augmenter V_r de 10% ET Augmenter D_b de 10% ET Diminuer V_a de 10% |
| T | R4 Diminuer V_r de 10% ET Diminuer D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R5 Augmenter V_r de 10% ET Augmenter D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R6 Augmenter V_r de 10% ET Augmenter D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide |
| No | R7 Diminuer D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R8 Diminuer D_b de 10% ET Vérifier l'anneau liquide | R9 |

Annexe 11 : Module de mesure spectrophotométrique de laboratoire

La Figure 121 présente le module fabriqué pour la mesure spectrophotométrique au laboratoire.

Nous avons utilisé plusieurs matériaux pour réaliser ce module :

- Plexiglas pour les côtés du module,
- Du téflon pour le couvercle et le fond,
- Le seul élément en métal est le tube pour réceptionner la tête du capteur, il est réalisé en cuivre,
- L'intérieur du module est tapissé de carton épais pour éviter toute réflexion de la lumière sur les parois intérieures du module.
- L'extérieur du module est tapissé de scotch épais pour ne laisser passer aucun photon qui pourrait gêner les mesures.

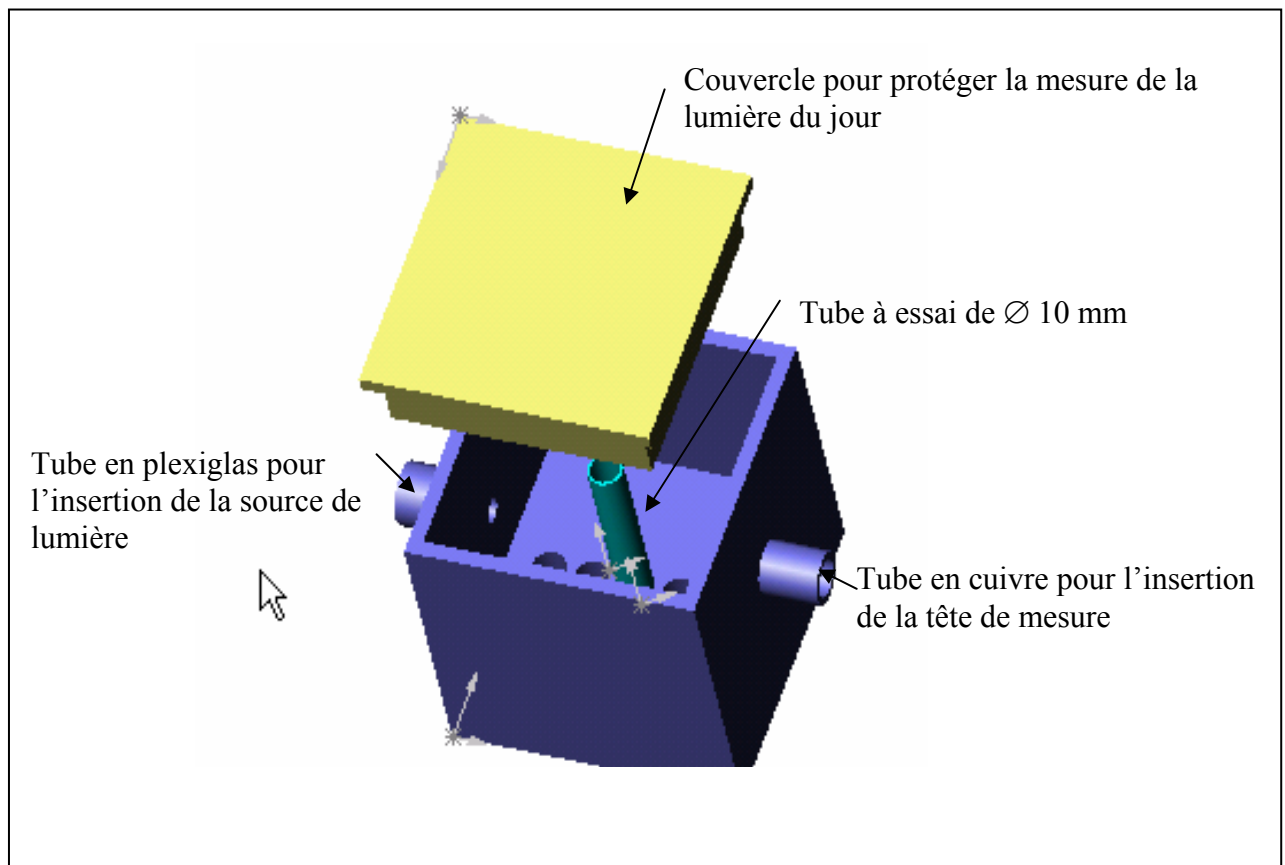


Figure 121 : Module de mesure utilisé pour les essais laboratoire