



HAL
open science

Contrôle des procédés représentés par des équations aux dérivées partielles

Nawel Afsi

► **To cite this version:**

Nawel Afsi. Contrôle des procédés représentés par des équations aux dérivées partielles. Automatique. Université de Lyon; École nationale d'Ingénieurs de Monastir (Tunisie), 2020. Français. NNT : 2020LYSE1033 . tel-02537810

HAL Id: tel-02537810

<https://theses.hal.science/tel-02537810>

Submitted on 9 Apr 2020

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.



N° d'ordre NNT : 2020LYSE1033

N° de série : xxx

THÈSE EN COTUTELLE

opérée au sein de

l'Université Claude Bernard Lyon 1

&

l'École Nationale d'ingénieurs de Monastir

École Doctorale EEA de Lyon : 160

&

École Doctorale STI de l'ENIM

Spécialité de doctorat : Automatique & Génie Électrique

Soutenue le 07/02/2020 par :

Nawel AFSI

Contrôle des procédés représentés par des équations aux dérivées partielles

Devant le jury composé de :

Professeur Najoua ESSOUKRI BEN AMARA	ENISO, Sousse	<i>Présidente</i>
Professeur Naceur BENHADJ BRAIEK	EPT, Tunis	<i>Rapporteur</i>
Professeur Mondher FARZA	Caen, France	<i>Rapporteur</i>
Professeur Hassan Hammouri	LAGEPP, Lyon	<i>Examineur</i>
Dr. (MC) Sami OTHMAN	LAGEPP, Lyon	<i>Directeur de thèse</i>
Professeur Anis SAKLY	LASEE, Monastir	<i>Directeur de thèse</i>

AU : 2019/2020

Université Claude Bernard -LYON 1

Président de l'Université	M. Frédéric FLEURY
Président du Conseil Académique	M. Hamda BEN HADID
Vice-Président du Conseil d'Administration	M. Didier REVEL
Vice-Président du Conseil des Etudes et de la Vie Universitaire	M. Philippe CHEVALLIER
Vice-Président de la Commission de Recherche	M. Fabrice VALLÉE
Directeur Général des Services	M. Damien VERHAEGHE

COMPOSANTES SANTE

Faculté de Médecine Lyon-Est - Claude Bernard	Doyen : M. Gilles RODE
Faculté de Médecine et Maïeutique Lyon Sud Charles. Mérieux	Doyenne : Mme Carole BURILLON
UFR d'Odontologie	Doyenne : Mme Dominique SEUX
Institut des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques	Directrice : Mme Christine VINCIGUERRA
Institut des Sciences et Techniques de la Réadaptation	Directeur : M. Xavier PERROT
Département de Formation et Centre de Recherche en Biologie Humaine	Directrice : Mme Anne-Marie SCHOTT

COMPOSANTES & DEPARTEMENTS DE SCIENCES & TECHNOLOGIE

UFR Biosciences	Directrice : Mme Kathrin GIESELER
Département Génie Electrique et des Procédés (GEP)	Directrice : Mme Rosaria FERRIGNO
Département Informatique	Directeur : M. Behzad SHARIAT
Département Mécanique	Directeur M. Marc BUFFAT
UFR-Faculté des Sciences	Administrateur provisoire : M. Bruno ANDRIOLETTI
UFR (STAPS)	Directeur : M. Yannick VANPOULLE
Observatoire de Lyon	Directrice : Mme Isabelle DANIEL
Ecole Polytechnique Universitaire Lyon 1	Directeur : Emmanuel PERRIN
Ecole Supérieure de Chimie, Physique, Electronique (CPE Lyon)	Directeur : Gérard PIGNAULT
Institut Universitaire de Technologie de Lyon 1	Directeur : M. Christophe VITON
Institut de Science Financière et d'Assurances ESPE	Directeur : M. Nicolas LEBOISNE Administrateur provisoire : M. Pierre CHAREYRON

Résumé

L'objectif de ce travail est le contrôle des procédés représentés par des équations aux dérivées partielles. Deux procédés ont été considérés. Le premier procédé est un procédé de cristallisation en batch. L'objectif du contrôle est la génération d'une distribution des tailles de cristaux (DTC) ayant une taille moyenne adéquate. Tout d'abord, nous avons utilisé observateur à grand gain en cascade pour estimer cette taille moyenne en utilisant que la température du cristalliseur et la concentration du soluté. Ensuite, différents scénarios ont été testés afin de comparer les performances des différentes structures de la commande sans modèle. Le deuxième procédé traité est un procédé de polymérisation par ouverture de cycle du lactide. Cette réaction est très sensible aux impuretés. Alors, deux stratégies de contrôle ont été proposées afin de rétablir les conditions nominales en cas de dérive qui sont l'optimisation dynamique et la commande prédictive.

Mots clés : Équations aux dérivées partielles (EDP), cristallisation, Distribution des tailles de cristaux (DTC), observateur à grand gain, commande sans modèle, polymérisation du lactide, optimisation, commande prédictive.

Abstract

This work aims to control the processes represented by partial differential equations. Two processes were considered. The first process is a batch crystallization process. The aim of the control is to generate a crystal size distribution (CSD) with an appropriate mean size. First, we used a high gain cascade observer to estimate this average size using only the crystallizer temperature and solute concentration. Then, different scenarios were tested to compare the performance of the different structures of the control system without a model. The second process treated is a lactide polymerization process. This reaction is very sensitive to impurities. So, two control strategies were proposed to restore the nominal conditions in case of drift, which are the dynamic optimization and the predictive control.

Key words : Partial differential equations (PDE), crystallization, crystal size distribution (CSD), high gain observer, model-free control, lactide polymerization, model predictive control (MPC).

" Where there's a will there's a way"

'William Shakespeare'

Dédicaces

À mon cher père et ma chère mère
Pour leur soutien, leur patience, leur sacrifice
Et leur amour, vous méritez tout éloge
Vous qui avez fait de moi ce que je suis maintenant.
J'espère être l'image que vous êtes fait de moi
Que dieu vous garde et vous bénisse.
À mes chères sœurs et mon cher frère.
Pour leur affection et leur encouragement.
Que ce travail soit pour vous le gage de mon profond amour.
À mon cher mari Achraf MELKI
À tous mes amis
À tous ceux qui m'ont aidé.

Je dédie ce travail . . .

Remerciements

J'adresse tout d'abord mes chaleureux remerciements et ma profonde reconnaissance à mon directeur de thèse, **M. Sami OTHMAN**, Maître de conférences HDR à l'Université Claude Bernard Lyon1, pour la confiance qu'il m'a témoignée en acceptant la direction scientifique de mes travaux au sein Laboratoire LAGEPP, à l'université Lyon1. Je tiens à lui exprimer ma reconnaissance pour son aide précieuse durant mon travail. Ses compétences scientifiques, ses qualités humaines d'écoute et de compréhension, ses précieux conseils ont été pour moi une source d'un immense réconfort et d'encouragement dans la réalisation de ce travail. Qu'il trouve dans ce mémoire la modeste expression de ma reconnaissance et de mon éternelle gratitude.

Je souhaiterais exprimer ma sincère gratitude et ma profonde reconnaissance à mon co-directeur de thèse, **M. Anis SAKLY**, Professeur à l'École Nationale d'Ingénieurs de Monastir (ENIM), pour m'avoir accueilli au sein de son équipe et pour son accompagnement tout le long de mon cursus universitaire. Je le remercie vivement pour son accueil chaleureux à chaque fois que j'ai sollicité son aide, ainsi que pour ses multiples encouragements. Enfin, j'ai été extrêmement sensible à ses qualités humaines d'écoute et de compréhension tout au long de ce travail doctoral.

Je tiens tout particulièrement à remercier vivement mes co-encadrants de thèse **M. Toufik BAKIR**, Maître de conférences HDR du laboratoire Imagerie et Vision Artificielle (ImViA) et **Mme. Nida SHEIBAT-OTHMAN**, Directrice de recherche CNRS, Université Claude Bernard Lyon1, qui m'ont accompagné tout au long de ce travail et qu'ils ont été disponibles jusqu'au bout, pour les derniers détails. Je leurs suis reconnaissante de m'avoir fait bénéficier tout au long de ce travail de leurs grandes compétences, de leurs rigueurs intellectuelles, de leurs dynamismes, et de leurs efficacités certaines que je n'oublierai jamais. Je leurs suis également reconnaissante pour le temps conséquent qu'il m'a accordé, ses qualités pédagogiques et scientifiques, ses conseils avisés qui ont été prépondérants pour la bonne réussite de cette thèse. J'ai beaucoup appris à ses côtés et je leurs adresse ma sincère gratitude pour tout cela.

J'exprime mes vifs remerciements à **Mme. Najoua ESSOUKRI BEN AMARA**, Professeur à l'École nationale d'ingénieurs de Sousse (ENISO) pour m'avoir fait le grand honneur de présider le jury de ma thèse.

Que Messieurs, **M. Naceur BENHADJ BRAIEK**, Professeur à l'École Polytechnique de Tunisie (EPT) et **M. Mondher FARZA**, Professeur à l'Université de Caen Normandie, France, soient vivement remercié pour avoir accepté la lourde tâche de rapporteurs de mes travaux de thèse et d'avoir accepté de participer au jury de cette thèse.

Je tiens également à remercier vivement **M. Hassan Hammouri**, Professeur à l'Université Claude Bernard Lyon1, d'avoir accepté de se joindre à ce jury en tant qu'examineur.

Un grand merci à toute les membres du laboratoire LAGEPP et de LASEE pour leur sympathie et leur soutien en particulier **Mme. Nadia CHAPELLE** et **Mme. Lamia ACHOUR**.

Mes profonds remerciements à mes chers(es) amis(es) **Martina NICOLAS, Wafa GTIFA, Abdennacer BEN HMED, Ichraf Aouissaoui, Nadia HAJJI...**

Mes remerciements s'adressent enfin à tous ceux et celles qui ont contribués de près ou de loin à l'aboutissement de ce travail.

Table des matières

Introduction générale	4
1 Estimation et contrôle : Etat de l'art et formulation mathématique	1
1.1 Observabilité et observateurs	2
1.1.1 Observabilité : définitions et notions	3
1.1.1.1 Notion d'observabilité des systèmes linéaires continus à temps- invariant	3
1.1.1.2 Notion d'observabilité pour un système non linéaire en général	4
1.1.1.3 Notion d'observabilité pour les systèmes linéaire à temps- variant	6
1.1.1.4 Observabilité uniforme	8
1.1.2 Synthèse d'observateurs pour les systèmes linéaires	12
1.1.2.1 Observateurs de Luenberger	12
1.1.2.2 Observateur de type Kalman	14
1.1.3 Synthèse d'observateur pour les systèmes non linéaires	16
1.1.3.1 Observateur de Kalman étendu	16
1.1.3.2 Observateur à grand gain	16
1.2 Commande sans modèle	22
1.2.1 Principe de la commande sans modèle et ses correcteurs "intelligents" .	23
1.2.2 iPI avec sliding mode	26
1.2.2.1 Commande par modes glissants	26
1.2.2.2 Structure de la commande sans modèle iPI avec mode glissant	31
1.3 Commande prédictive	36
1.3.1 Principe de la commande prédictive	36
1.3.2 La structure de la MPC à modèle interne	37
1.4 Conclusion	39

2	Modélisation d'un procédé de cristallisation en batch et méthodes d'exploitation du modèle	40
2.1	Les procédés de cristallisation	41
2.1.1	Notions et Types de cristallisation	41
2.1.1.1	Solubilité	41
2.1.1.2	Sursaturation	42
2.1.1.3	Courbe de solubilité et métastabilité	42
2.1.1.4	Les méthodes de génération de la sursaturation	43
2.1.2	Les mécanismes de cristallisation	44
2.1.2.1	Nucléation	44
2.1.2.2	Nucléation primaire hétérogène	45
2.1.2.3	Nucléation primaire homogène	45
2.1.2.4	Nucléation secondaire de contact	45
2.1.2.5	Nucléation secondaire de surface	46
2.1.2.6	Nucléation secondaire apparente	46
2.1.2.7	Croissance et dissolution	46
2.1.2.8	Croissance	46
2.1.2.9	Dissolution	47
2.1.2.10	Agglomération	47
2.1.2.11	Type de cristallisation	47
2.1.3	Les modèles des procédés de cristallisation	48
2.1.3.1	Bilan de population	48
2.1.3.2	Bilan de matière	50
2.1.3.3	Bilan d'énergie	51
2.1.3.4	Cinétiques de nucléations, de croissance et de dissolution	52
2.1.3.5	Le modèle de cristallisation considéré	55
2.2	Méthodes de résolution numérique des Equations aux Dérivées Partielles	56
2.2.1	Méthode des moments	56
2.2.2	Différences Finies (MDF)	59
2.3	Conclusion	62
3	Estimation et contrôle du procédé de cristallisation	63
3.1	Etat de l'art de contrôle et d'estimation des procédés de cristallisation	64
3.2	Estimation des moments	68

3.2.1	Structure de l'observateur à grand gain en cascade proposé pour l'esti- mation des moments	68
3.2.2	Résultats de simulations	70
3.3	Controle	77
3.3.1	PI intelligent appliqué au procédé de cristallisation en batch	78
3.3.1.1	PID classique	78
3.3.1.2	PI intelligent	79
3.3.1.3	Résultats de simulations	80
3.3.2	Comparaison entre le P intelligent avec un filtre et le PI intelligent avec mode glissant	90
3.3.2.1	Rappel de l'expression de la commande	90
3.3.2.2	Résultats de simulations	91
3.4	Conclusion	101
4	Contrôle d'un procédé de polymérisation par ouverture de cycle du lactide	102
4.1	Procédé de polymérisation par ouverture de cycle du lactide	104
4.1.1	Mécanisme de production de l'acide polylactique	104
4.1.1.1	Le monomère lactique	104
4.1.1.2	Polycondensation de l'acide lactique	104
4.1.1.3	Polymérisation par ouverture de cycle du lactide	105
4.1.2	Le modèle utilisé	108
4.1.3	Résolution des Equations aux Dérivées Partielles	113
4.1.4	Objectif de contrôle	113
4.2	La commande PI utilisée par (Costa and Trommsdorff (2016))	114
4.3	Optimisation	116
4.3.1	Formulation mathématique de l'optimisation du procédé de PLA	117
4.3.2	Résultats de simulations	119
4.3.2.1	Réponse aux perturbations positives	120
4.3.2.2	Réponse aux perturbations negatives	121
4.3.3	Off-spec time	121
4.4	La commande prédictive	124
4.4.1	Formulation mathématique de la MPC pour la commande du procédé de PLA	124
4.4.2	Estimation de la perturbation	125
4.4.3	Implémentation de la MPC	126

4.5 Conclusion	130
Conclusion générale et perspectives	135

Table des figures

1.1	Schéma d'un observateur.	2
1.2	Schéma bloc de la commande sans modèle.	25
1.3	La fonction sign.	30
1.4	Le phénomène de réticence.	31
1.5	La fonction de saturation avec un seuil et deux seuils (zone morte) (Samir (2015)).	31
1.6	Schéma bloc de la commande iPISMC.	35
1.7	Principe de la commande prédictive (Bombard et al. (2008)).	37
1.8	Schéma de la structure de la MPC à modèle interne.	37
2.1	Courbe de solubilité	42
2.2	Classification des nucléations (Zhang (2011))	44
2.3	Nucléation secondaire de contact (Mazzarotta (1992))	45
2.4	Agglomération (de Azevedo (2014))	47
3.1	Simulation de la concentration du soluté (ligne continue) et la concentration de saturation (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l'acide adipique.	71
3.2	Simulation de la nucléation primaire obtenue par le modèle (ligne continue) et celle obtenue par l'observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l'acide adipique.	72
3.3	Simulation de la nucléation secondaire obtenue par le modèle (ligne continue) et celle obtenue par l'observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l'acide adipique.	73
3.4	Simulation de la croissance obtenue par le modèle (ligne continue) et celle obtenue par l'observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l'acide adipique.	73

3.5	Simulation de la nucléation $R_n(t)$ obtenue par le modèle (ligne continue) et celle obtenue par l'observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l'acide adipique.	74
3.6	$Z(t)$ simulée (ligne continue) et $Z(t)$ obtenue par l'observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l'acide adipique.	74
3.7	Simulation de la nucléation $R_n(t)$ obtenue par le modèle (ligne continue) et celle obtenue par l'observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l'acide adipique.	75
3.8	Variations temporelles de μ_0, μ_1, μ_2 et μ_3 obtenue par le modèle (ligne continue) et celles obtenues par l'observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l'acide adipique.	75
3.9	Taille moyenne simulée (ligne continue) et celle obtenues par l'observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l'acide adipique.	76
3.10	Principe de la commande par PID.	78
3.11	Schéma bloc de la commande sans modèle avec un PI intelligent et un observateur.	80
3.12	(a) : Températures dans le cristalliseur, (b) : profile de la sursaturation.	81
3.13	(a) : La nucléation primaire, (b) : la nucléation secondaire, (c) : la croissance	81
3.14	Simulation des variations temporelles de μ_0, μ_1, μ_2 et μ_3	82
3.15	(a) : Variations temporelles de la taille moyenne L , (b) : la DTC à la fin de la procédure batch.	82
3.16	Représentation tridimensionnel de la densité des nombres.	83
3.17	(a) Température du cristalliseur T_{cr} avec bruit de mesure, (b) Profil de sursaturation, (c) la DTC à la fin de la procédure batch, (d) les variations temporelles de la taille moyenne L	84
3.18	a) Température de cristallisation T_{cr} dans le cas de la perturbation, b) profil de sursaturation, c) les variations temporelles de la taille moyenne numérique des cristaux, d) la DTC à la fin de la simulation.	84
3.19	a) : Les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} : pointillé; T_j : solide; $T_{j,in}$: dashdot), b) : le profil de sursaturation.	85
3.20	(a) : La nucléation primaire, (b) : la nucléation secondaire, (c) : la croissance	86
3.21	(a) : Variations temporelles de la taille moyenne L , (b) : la DTC à la fin de la procédure batch.	86

3.22	(a) Les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} : pointillé; T_j : solide; $T_{j,in}$: dashdot) avec bruit de mesure, (b) Profil de sursaturation, (c) la DTC à la fin de la procédure batch, (d) les variations temporelles de la taille moyenne L .	87
3.23	a) Les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} : pointillé; T_j : solide; $T_{j,in}$: dashdot) dans le cas de la perturbation, b) profil de sursaturation, c) les variations temporelles de la taille moyenne numérique des cristaux, d) la DTC à la fin de la simulation.	88
3.24	a) Les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} : pointillé; T_j : solide; $T_{j,in}$: dashdot), b) profil de sursaturation, c) les variations temporelles de la taille moyenne numérique des cristaux, d) la DTC à la fin de la simulation.	89
3.25	a) Les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} ; T_j et $T_{j,in}$), b) profil de sursaturation, c) les variations temporelles de la taille moyenne numérique des cristaux, d) la DTC à la fin de la simulation avec bruit de mesure (iPI : solide; PI : pointillé).	89
3.26	a) Les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} ; T_j et $T_{j,in}$), b) profil de sursaturation, c) les variations temporelles de la taille moyenne numérique des cristaux, d) la DTC à la fin de la simulation dans le cas de la perturbation (iPI : solide; PI : pointillé).	90
3.27	Schéma bloc de la commande sans modèle avec un P intelligent et un observateur.	91
3.28	Schéma bloc de la commande iPISMC avec observateur.	92
3.29	(a) : Températures dans le cristalliseur, (b) : profile de la sursaturation, (c) : taille moyenne de cristal et (d) : la DCT à la fin du batch process. (iP : ligne continue; iPISMC : ligne pointillée) pour le premier scénario.	93
3.30	(a) : La nucléation primaire, (b) : la nucléation secondaire, (c) : la croissance (iP : ligne continue; iPISMC : ligne pointillée) pour le premier scénario.	94
3.31	(a) : Températures dans le cristalliseur, (b) : profile de la sursaturation, (c) : taille moyenne de cristal et (d) : la DCT à la fin de la cristallisation. (iP : ligne continue; iPISMC : ligne pointillée) dans le cas du deuxième scénario.	96
3.32	(a) : Températures dans le cristalliseur, (b) : profile de la sursaturation, (c) : taille moyenne de cristal et (d) : la DCT à la fin du batch process. (iP : ligne continue; iPISMC : ligne pointillée) dans le cas du troisième scénario (+10% θ).	97
3.33	(a) : La nucléation primaire, (b) : la nucléation secondaire, (c) : la croissance (iP : ligne continue; iPISMC : ligne pointillée) dans le cas du troisième scénario (+10% θ).	98

3.34	(a) : Températures dans le cristalliseur, (b) : profile de la sursaturation, (c) : taille moyenne de cristal et (d) : la DCT à la fin du batch process. (iP : ligne continue ; iPISMC : ligne pointillée) dans le cas du troisième scénario ($-10\%\theta$).	98
3.35	(a) : La nucléation primaire, (b) : la nucléation secondaire, (c) : la croissance (iP : ligne continue ; iPISMC : ligne pointillée) dans le cas du troisième scénario ($-10\%\theta$).	99
3.36	(a) : Températures dans le cristalliseur, (b) : profile de la sursaturation, (c) : taille moyenne de cristal et (d) : la DCT à la fin de la cristallisation. (iP : ligne continue ; iPISMC : ligne pointillée) dans le cas du quatrième scénario.	100
4.1	Schéma de la polycondensation de l'acide lactique (Vu et al. (2005)).	105
4.2	Synthèse du Lactide (Maudoux (2014)).	106
4.3	Mécanismes de synthèse de polylactide (Costa and Trommsdorff (2016)).	107
4.4	Synthèse de polylactide (Costa and Trommsdorff (2016)).	108
4.5	Schéma de PI classique appliqué au procédé de polymérisation du Lactide (Costa and Trommsdorff (2016)).	115
4.6	Schéma de PI modifié appliqué au procédé de polymérisation du Lactide (Costa and Trommsdorff (2016)).	116
4.7	Schéma de principe de l'optimisation dynamique en boucle ouverte.	118
4.8	Evolution temporelle du X_2 en présence de différents niveaux de perturbations positives.	120
4.9	Evolution temporelle de la chute de pression $\Delta\Phi_2$ en présence de différents niveaux de perturbations positives.	121
4.10	Evolution temporelle du X_2 en présence de différents niveaux de perturbations negative.	122
4.11	Evolution temporelle de la chute de pression $\Delta\Phi_2$ en présence de différents niveaux de perturbations negative.	122
4.12	Comparaison de l'optimisation et du contrôleur PI en termes de τ_{off} avec différents niveaux de perturbations : optimisation (triangles), PI (cercles).	123
4.13	La MPC non linéaire avec estimateur.	125
4.14	La pente de variation $\Delta\Phi_2$ en fonction d'une variation positive de la perturbation.	125
4.15	La pente de variation $\Delta\Phi_2$ en fonction d'une variation négative de la perturbation.	126
4.16	Evolution temporelle de X_2 en présence de différentes perturbations positives.	127
4.17	Evolution temporelle de $\Delta\Phi_2$ en présence de différentes perturbations positives.	127
4.18	Evolution temporelle de X_2 en présence de différentes perturbations négatives.	128

4.19	Evolution temporelle de $\Delta\Phi_2$ en présence de différentes perturbations negatives.	129
4.20	Comparaison de l'optimisation et du contrôleur PI en termes de τ_{off} avec différents niveaux de perturbations : MPC (triangles), PI (cercles).	129

Liste des tableaux

3.1	Paramètres de cristallisation de l'acide adipique (Mullin and Nývlt (1971)) . . .	71
3.2	Effet des paramètres du PID sur le comportement du système en boucle fermée	79
3.3	MAE et RMSE dans le premier scénario.	95
3.4	MAE et RMSE dans le cas du deuxième scénario.	96
3.5	MAE et RMSE dans le troisième scénario (+10% θ).	97
3.6	MAE et RMSE dans le troisième scénario (-10% θ).	98
3.7	MAE et RMSE dans le quatrième scénario.	100
4.1	Valeurs des paramètres du procédé ROP (Costa and Trommsdorff (2016)) . . .	112

Liste des symboles

$n(x, t)$	Distribution des tailles de cristaux
T_{de}	Température de la double enveloppe
T_{cr}	Température dans le cristallisoir
T_{ref}	Température du liquide de refroidissement à l'entrée de la double enveloppe
ΔH_f	Enthalpie de fusion
ΔH_c	Enthalpie de cristallisation
U	Coefficient global de transfert de chaleur
A	Surface de transfert de chaleur
$G(x, t)$	Taux de croissance d'un cristal de taille x à l'instant t
$R_n(t)$	Taux de nucléation
R_{n_1}	Taux de la nucléation primaire
R_{n_2}	Taux de la nucléation secondaire
$C_{sat}(t)$	concentration de saturation
$C(t)$	Concentration du soluté
$C_s(t)$	Concentration de la phase solide
V_T	Volume total où volume de la suspension
V_t	Volume de la solution ou de la phase liquide
M_s	Masse molaire du solide
ρ_s	Masse volumique du solide
C_{p_1}	Capacités molaires thermiques du solide
C_{p_2}	Capacités molaires thermiques du soluté
C_{p_3}	Capacités molaires thermiques du solvant
$C_{p_{ref}}$	Capacités molaires thermiques du fluide de refroidissement
a_{sat}	Capacités molaires thermiques du fluide de refroidissement
K_{n_2}	Constante de nucléation secondaire
I_{n_2}	Exposant sans dimensions
J_{n_2}	Exposants sans dimensions

Remerciements

D	La diffusivité du soluté
ϵ	L'énergie dissipée par unité de masse de suspension
ν	La viscosité cinématique de la solution
D_a	Le diamètre de l'agitateur
T_R	Le diamètre du cristalliseur
K_{diss}	Paramètre constant de dissolution
J_d	Exposant constant et positif de dissolution
μ_0	Le nombre total de cristaux par unité de volume
μ_1	La largeur totale de cristaux par unité de volume
μ_2	Le facteur de la surface totale de cristaux par unité de volume
μ_2	Le facteur de la surface totale de cristaux par unité de volume
μ_3	Le facteur du volume total de cristaux par unité de volume
$L_{n_{moy}}$	La taille moyenne en nombre
$L_{m_{moy}}$	La taille moyenne en masse
CV_{Ln}	Coefficient de variance de la taille moyenne en nombre
CV_{Lm}	Coefficient de variance de la taille moyenne en masse
x_{min}	La plus petite taille de la distribution
ppm_{cat}	La partie par million du catalyseur stanneux octoate
meq_{ROH}	La concentration de toutes les espèces contenant des groupes OH
meq_{COOH}	Le nombre de millimoles de groupes fonctionnels acides par kg à l'alimentation
X_2	La conversion à la sortie du réacteur en boucle
$\Delta\Phi_2$	La différence de pression entre l'entrée et la sortie de réacteur en boucle
$Mw_{3,out}$	La masse moléculaire finale du polymère à la sortie du troisième réacteur tubulaire
t	Le temps réel
t_{R2}	Le temps de séjour dans le réacteur en boucle
τ	Rapport adimensionne
A	La concentration d'acide dans le monomère lactide
C	La concentration du catalyseur
M_{cat}	La masse moléculaire du catalyseur
N_g	Nombre de points de discrétisation

Abréviations

DTC	Distribution des Tailles de Cristaux
EDP	Equation aux Dérivées Partielles
EDO	Equations Différentielles Ordinaires
MDF	Méthode des Différences Finies
MDC	Méthode des Caractéristiques
MFC	Model-Free Control
SMC	Sliding Mode Control
PID	Proportional-Integral-Derivative
iPID	intelligent Proportional-Integral-Derivative
iPISMC	intelligent Proportional-Integral-Derivative with Sliding mode Control
MPC	Model Predictive Control
PLA	Procédé de Polymérisation de l'acide polylactique
ROP	Polymérisation par ouverture de cycle
LT	Lactide

Introduction général

La cristallisation est l'opération par laquelle un solide se produit, où ses composants (ions, atomes ou molécules) sont hautement organisés sous la forme d'une structure régulière dite cristal. Ce phénomène se produit en général à partir d'une solution (solvant+soluté) ou plus rarement à partir d'un gaz. La cristallisation est également un outil chimique de purification du produit par le rejet des impuretés dans la phase liquide lors du passage de l'état liquide en un état solide. Grâce à cette capacité de fournir des produits de haute pureté, cette opération est utilisée dans de nombreuses applications industrielles.

La qualité ainsi que les caractéristiques physico-chimiques de l'ensemble des cristaux obtenus sont fortement liées à la distribution des tailles de cristaux (DTC). Pour cela de nombreux contrôles ont été appliqués pour générer un DTC avec des propriétés adéquates.

Choisir le bon modèle pour représenter fidèlement le processus est primordial afin de pouvoir contrôler les caractéristiques des cristaux produits ou encore pour faire des estimations sur les informations relatives à la distribution des tailles de cristaux. Néanmoins, obtenir ce modèle n'est pas si évident vu la présence de nombreux phénomènes qui se déroulent au cours de procédure, et qui ne sont pas tous forcément bien connus ou parfaitement maîtrisés. C'est difficile donc de développer un modèle suffisamment riche et complet qui permette de décrire l'ensemble des phénomènes pour reproduire et simuler les comportements du processus et en même temps, qui soit suffisamment simple pour l'analyse et la synthèse des lois du contrôle. C'est pourquoi des hypothèses pour simplifier le modèle ont toujours été utilisées afin de simplifier le processus tout en conservant autant d'informations que possible et aussi pour permettre la synthèse des lois de contrôle.

Le procédé de cristallisation est représenté par des équations algébriques, des équations aux dérivées ordinaires et une équation aux dérivées partielles. Cependant, vu son comportement fortement non linéaire, la difficulté de caractériser plusieurs phénomènes, l'incertitude des paramètres cinétiques et les perturbations inconnues, ce modèle utilisé peut ne pas décrire le comportement réel du processus, ce qui entraîne une mauvaise stratégie de contrôle.

Récemment, des stratégies intelligentes de contrôle ont été développées pour remédier à la fois aux erreurs de modélisation en temps réel et aux perturbations qui pourraient affecter le

processus. Cela nous a motivés à appliquer ces lois de contrôle sur le procédé de cristallisation. Ce type de contrôle repose sur l'utilisation d'un modèle ultra-local, valide pour un court laps de temps, actualisé constamment en fonction de la variation dynamique du processus, ce qui permet de tenir compte aussi bien les erreurs de modélisation que les perturbations affectant le processus. Le but du contrôle dans ce travail est de générer une distribution des tailles de cristaux ayant une taille moyenne prédéfinie. Une modélisation qui relie directement la taille moyenne à la variable de commande (température) va être proposée.

Cependant, dans la pratique, la mesure de la taille moyenne des cristaux est coûteuse. C'est pourquoi un observateur à grand gain en cascade va être utilisé ici pour l'estimer, avec l'utilisation de la température du cristalliseur et de la concentration du soluté uniquement.

Le deuxième procédé étudié dans cette thèse est un procédé de polymérisation par ouverture de cycle du lactide pour produire de l'acide polylactique (PLA). Une attention croissante a été accordée à la production de PLA ces dernières années, en tant que matière thermoplastique biodégradable provenant de ressources renouvelables (l'amidon de maïs, l'amidon de tapioca, le sucre etc). Ce polymère devient une alternative plus compétitive aux polymères non biodégradables dans plusieurs domaines (les textiles, les implants médicaux, les applications biomédicales etc). Le PLA est produit industriellement par polymérisation par ouverture de cycle (ROP) du monomère lactide pour produire un polymère avec une masse moléculaire élevée qui répond aux besoins de la plupart des applications.

Cette réaction est très sensible aux impuretés. Une stratégie de contrôle est alors cruciale pour rétablir les conditions nominales en cas de dérive, qui sont principalement la conversion de monomère et la masse molaire du polymère. Le procédé considéré est constitué d'un réacteur distribué suivi d'un réacteur en boucle. Le modèle est donc également décrit par des équations aux dérivées partielles et la commande se fait aux frontières, en manipulant le débit d'ajout de catalyseur et de co-catalyseur.

Une méthode d'optimisation sera développée qui prend en compte les contraintes sur les entrées, le retard dû au fait que le procédé est distribué, la non linéarité du modèle et surtout le couplage entre les entrées qui s'est avéré très important. Nous allons nous intéresser également à la commande prédictive pour prendre en compte les différents types de perturbations ainsi que les erreurs de modélisation. Ces deux stratégies seront comparées à la commande PI afin d'évaluer leurs performances et leurs robustesses.

Pour résumer, cette thèse a abouti aux contributions suivantes :

1. L'application d'un observateur à grand gain en cascade pour estimer la taille moyenne

- de la distribution des tailles de cristaux (DTC), en utilisant seulement la température de cristallisateur et la concentration en soluté.
2. Le contrôle de la taille moyenne de la DTC avec le contrôleur PI intelligent, qui est basé sur un modèle ultra-local et qui prend en compte les erreurs de modélisation et les perturbations qui peuvent affecter le procédé.
 3. Le contrôle de la taille moyenne de la distribution finale de cristaux avec le contrôleur PI intelligent combiné avec l'approche mode glissant (iPISMIC).
 4. L'application de l'optimisation dynamique au procédé de polymérisation par ouverture de cycle (Ring Opening Polymerization (ROP) en anglais) pour rejeter les différentes perturbations qui peuvent affecter ce procédé.
 5. L'application de la commande prédictive à ce même procédé de polymérisation par ouverture de cycle, dans le cas où les perturbations ne sont pas mesurées.

Cette thèse est structurée comme suit :

Le premier chapitre est dédié à une étude bibliographique sur les différents observateurs, sur les différentes structures de la commande sans modèle et enfin sur la commande prédictive.

Le deuxième chapitre traite de la modélisation du procédé de cristallisation et présente diverses méthodes pour exploiter ce modèle.

Le troisième chapitre est consacré à nos contributions pour le premier procédé de cristallisation. Nous détaillons d'abord l'observateur à grand gain que nous avons mis au point pour estimer la taille moyenne de la DTC. Cette contribution a fait l'objet d'une conférence IEEE (Afsi et al. (2016)). Nous présentons ensuite les résultats de simulations suite à l'application des différentes structures de la commande sans modèle. Ce travail a fait l'objet de deux publications : un article de revue (Afsi et al. (2018)) et un autre soumis.

Quant au quatrième chapitre, il est destiné à la présentation et la modélisation du deuxième procédé étudié de polymérisation de l'acide polylactique (PLA) ainsi les résultats de simulations obtenue lors de l'application de l'optimisation dynamique et de la commande prédictive. La première stratégie de contrôle a fait l'objet d'une conférence IEEE (Afsi et al. (2019)) et la deuxième stratégie a fait l'objet d'un article de revue soumis.

Enfin, une conclusion générale est présentée afin de rappeler les principales contributions de notre travail, de discuter les résultats et de donner les perspectives envisagées.

Chapitre 1

Estimation et contrôle : Etat de l'art et formulation mathématique

Sommaire

1.1 Observabilité et observateurs	2
1.1.1 Observabilité : définitions et notions	3
1.1.2 Synthèse d'observateurs pour les systèmes linéaires	12
1.1.3 Synthèse d'observateur pour les systèmes non linéaires	16
1.2 Commande sans modèle	22
1.2.1 Principe de la commande sans modèle et ses correcteurs "intelligents"	23
1.2.2 iPI avec sliding mode	26
1.3 Commande prédictive	36
1.3.1 Principe de la commande prédictive	36
1.3.2 La structure de la MPC à modèle interne	37
1.4 Conclusion	39

Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter les différentes notions nécessaires à la synthèse des observateurs ainsi que les principaux types d'observateurs aussi bien pour les cas linéaires que pour les cas non linéaires. Ensuite, nous allons donner le principe de la commande sans modèle et ses différentes structures concourantes. Enfin, la dernière partie sera dédiée à la théorie de la commande prédictive.

1.1 Observabilité et observateurs

La commande, la surveillance et le diagnostic d'un système dynamique nécessitent la connaissance de son état à chaque instant. En effet, on définit l'état de tout système dynamique par le plus petit ensemble de variables qui permettent de décrire son évolution. Cependant, certaines variables peuvent être mesurées à l'aide des capteurs, mais pour d'autres, cette mesure est très coûteuse et elle est parfois impossible. Ainsi, il est nécessaire d'estimer ces variables à l'aide d'un capteur logiciel appelé **Observateur**. Il s'agit d'un algorithme qui utilise une copie du modèle du système et qui prend comme entrée, l'entrée du système considérée et les mesures des sorties fournies par les capteurs physiques, et un terme de correction qui permet de faire converger l'estimation de l'état (ou paramètre) vers l'état réel (paramètre réel) (voir figure 1.1). Certaines conditions sont nécessaires pour pouvoir réaliser un tel algorithme d'estimation. Ces conditions seront présentées dans cette section pour les cas des systèmes linéaires et non linéaires. Pour les systèmes linéaires, les deux observateurs de Luenberger ([Luenberger \(1966\)](#)), ([Luenberger \(1971\)](#)) et de Kalman ([Bornard et al. \(1993\)](#)), ([Hammouri and Morales \(1991\)](#)) sont les plus utilisés dans la littérature.

Une extension du filtre de Kalman, dite filtre de Kalman étendu ([Kim et al. \(1994\)](#)), ([Sabatini \(2006\)](#)), ([Boizot \(2010\)](#)), est une des techniques les plus classiques d'estimation des systèmes

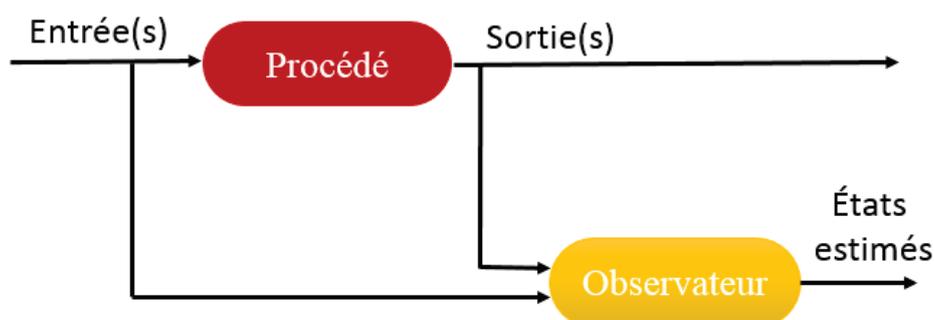


FIGURE 1.1 – Schéma d'un observateur.

non linéaire. Elle a été très utilisée pour l'estimation de paramètres inconnus dans le cas du procédé de cristallisation (Abbas and Romagnoli (2006)), (Saengchan et al. (2011)), (Zhang and Rohani (2003)). Cette technique fait appel à la résolution des équations dynamique de Riccati. Cependant, le réglage des paramètres de cet observateur devient vite complexe ce qui rend difficile d'affirmer la convergence d'un tel observateur. L'observateur à grand gain est aussi un estimateur très utilisé dans le cas non linéaire (Gauthier and Kupka (1994)), (Gauthier et al. (1991)), (Gauthier et al. (1992)), (Farza et al. (1998)), (Hammouri and Farza (2003)).

Dans cette section, nous allons donner les différentes notions nécessaires à la synthèse des observateurs ainsi que les principaux types d'observateurs pour le cas linéaire (observateur de Luenberger et Kalman) et le cas non linéaire (filtre de Kalman étendu et l'observateur à grand gain).

1.1.1 Observabilité : définitions et notions

1.1.1.1 Notion d'observabilité des systèmes linéaires continus à temps-invariant

Une classe de systèmes linéaires dite **systèmes linéaires à temps invariant** correspond aux systèmes décrits par des équations différentielles linéaires et à coefficients constants, ils sont de la forme :

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = Ax(t) + Bu(t) \\ y(t) = Cx(t) \end{cases} \quad (1.1)$$

où $x(t) \in R^n$ (état du système), $u(t) \in R^m$ (les entrées mesurées), $y(t) \in R^p$ (les sorties mesurées), $A \in R^{n \times n}$, $B \in R^{n \times m}$ et $C \in R^{n \times p}$.

L'étude de l'observabilité d'un système est une étude de la **sensibilité** de la sortie mesurée aux variations des variables d'état du système qu'on veut estimer.

Définition 1 :

Le système (1.1) est dit **observable**, si la sortie est sensible à l'état, c.-à-d., si pour deux conditions initiales quelconques $x_1(0) \neq x_2(0)$ et pour une entrée u donnée, les sorties correspondantes y_1 et y_2 sont différentes tout au long de l'intervalle du temps considéré.

Rappelons d'abord la solution de l'Eq. (1.1) :

$$x(t) = e^{tA}x(0) + e^{tA} \int_0^t e^{-sA} Bu(s)ds \quad (1.2)$$

nous avons alors $y(t)$:

$$y(t) = Ce^{tA}x(0) + Ce^{tA} \int_0^t e^{-sA} Bu(s)ds \quad (1.3)$$

Ainsi, le système (1.1) est dit observable, si pour tout $x_1(0) \neq x_2(0)$, $\exists t$ tel que $Ce^{tA}x_1(0) - Ce^{tA}x_2(0) \neq 0$. Alors, pour le cas linéaire, la notion d'observabilité est indépendante des entrées appliquées au système, ce qui n'est pas le cas pour la notion d'observabilité pour un système non linéaire que nous verrons après.

En pratique, c'est le critère suivant (**critère de Kalman**), qu'on utilise pour étudier l'observabilité d'un système linéaire (Luenberger (1966)) :

Théorème 1 (critère de Kalman) :

Un système linéaire décrit par les équations (1.1) est observable si et seulement si :

$$\text{rang} \begin{pmatrix} C \\ CA \\ \vdots \\ CA^{n-1} \end{pmatrix} = n \quad (1.4)$$

n : dimension du système.

1.1.1.2 Notion d'observabilité pour un système non linéaire en général

Soit le système non linéaire suivant :

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = f(x(t), t) \\ y(t) = h(x(t)) \end{cases} \quad (1.5)$$

où $x(t) \in V$ (V est un ouvert de R^n) : est l'état du système, f est un champ de vecteurs non linéaire de l'état x , $y(t) \in R^p$: le(s) sortie(s) mesurée(s).

La **définition 1** reste valable pour le cas du système (1.5), c.-à-d. pour deux trajectoires $x_1(t)$ et $x_2(t)$, issues des deux conditions initiales différentes $x_1(0) \neq x_2(0)$, $\exists t \in [0; T] : h(x_1(t)) \neq h(x_2(t))$.

Généralement, c'est la forme (1.6) qui décrit les modèles dynamiques des procédés physiques à contrôler :

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = f(x(t), u(t)) \\ y(t) = h(x(t)) \end{cases} \quad (1.6)$$

avec u entrée du système.

Pour u donnée, le système (1.6) sera de la forme (1.5), alors (1.6) n'est autre qu'une famille de systèmes de la forme (1.5) paramétrés par un ensemble de signaux d'entrée. La **définition 2** s'étend aux systèmes (1.6) selon la définition suivante :

Définition 2 :

Le système (1.6) est observable s'il $\exists u$ définie sur $[0; T]$, $\exists t \in [0; T] : h(x_1^u(t)) \neq h(x_2^u(t))$, avec $x_i^u(t) (i = 1; 2)$ est une trajectoire associée à l'entrée u et issue de $x_i(0)$.

Dans le cas d'un système linéaire à temps-invariant, la notion d'observabilité ne dépend pas de(s) l'entrée(s), alors que pour le cas d'un système non linéaire, cette notion d'observabilité dépend de l'entrée que nous allons appliquer au système. Il y a des entrées qui rendent le système observable et d'autres entrées qui le rendent inobservable (voir exemple (Uccheddu (2011))).

En pratique, c'est plutôt la **définition 3** (ci-dessous) au sens du rang qui est souvent utilisée. Avant de donner cette définition, rappelons d'abord la définition d'un **champ de vecteurs** f .

Selon les besoins, ce champ peut être interprété de deux manières, soit comme :

- une application qui assigne à tout point x un vecteur $f(x)$:

$$f(x) = \begin{pmatrix} f_1(x) \\ f_2(x) \\ \vdots \\ f_n(x) \end{pmatrix} \quad (1.7)$$

$f_i(x)$: les composantes de $f(x)$.

- une dérivation qu'il faut mettre sous la forme :

$$f = f_1 \frac{\partial}{\partial x_1} + f_2 \frac{\partial}{\partial x_2} + \dots + f_n \frac{\partial}{\partial x_n} \quad (1.8)$$

En appliquant ce champ de vecteur à une fonction réelle $\psi(x)$, nous obtenons la fonction $L_f \psi(x)$ suivante qui s'appelle la **dérivée de Lie** de $\psi(x)$ dans la direction de f :

$$L_f \psi(x) = f_1 \frac{\partial \psi(x)}{\partial x_1} + f_2 \frac{\partial \psi(x)}{\partial x_2} + \dots + f_n \frac{\partial \psi(x)}{\partial x_n} \quad (1.9)$$

On peut l'écrire aussi sous la forme :

$$L_f \psi(x) = \sum_{i=1}^{i=n} f_i \frac{\partial \psi(x)}{\partial x_i} \quad (1.10)$$

f_i : la i ième composante de f .

Maintenant, nous pouvons donner la définition de l'**observabilité au sens du rang** pour le système (1.6) (Fossard and Normand-Cyrot (1993)) :

Définition 3 :

Le système (1.6) est dit **observable au sens du rang** en un point $x_0 \in V$, si la dérivée de l'espace vectoriel (dit **espace d'observabilité** O , Eq. (1.12)), formé par de la sortie $h(x)$ et ses dérivées successives de Lie dans la direction de f et jusqu'à l'ordre $n - 1$, est de dimension n , c.-à-d :

$$\text{rang} \begin{pmatrix} L_f h(x) \\ L_f^2 h(x) \\ \vdots \\ L_f^n h(x) \end{pmatrix} = n \quad (1.11)$$

avec :

$$O = \begin{pmatrix} h(x) \\ L_f h(x) \\ \vdots \\ L_f^{n-1} h(x) \end{pmatrix} \quad (1.12)$$

et

$$L_f^i h(x) = L_f(L_f^{i-1} h(x)) \quad (1.13)$$

$$L_f^0 h(x) = h(x). \quad (1.14)$$

1.1.1.3 Notion d'observabilité pour les systèmes linéaire à temps-variant

Considérons le système linéaire temps variant de la forme :

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = A(t)x(t) + b(t) \\ y(t) = Cx(t) \end{cases} \quad (1.15)$$

où $x(t) \in R^n$ (état du système) et $y(t) \in R^p$ (sorties mesurées).

Soit $\Phi(t, t_0)$ la matrice de transition du système (1.15) qui est une matrice carrée ($n \times n$) et inversible, vérifiant (Uccheddu (2011)) :

$$\begin{cases} \frac{d\Phi(t, t_0)}{dt} = A(t)\Phi(t, t_0) \\ \Phi(t_0, t_0) = I_n \end{cases} \quad (1.16)$$

I_n : matrice identité. $\Phi(t, t_0)$ a les propriétés suivantes :

$$\begin{cases} \Phi(t, t_0)^{-1} = \Phi(t_0, t) \\ \frac{d\Phi(t_0, t)}{dt} = -\Phi(t_0, t)A(t) \\ \Phi(t_1, t_2)\Phi(t_2, t_3) = \Phi(t_1, t_3), \forall t_1, t_2, t_3 \end{cases} \quad (1.17)$$

Eq. (1.18) présente une solution de (1.15) initialisée en x à l'instant t_0 :

$$x(t) = \Phi(t, t_0)x(t_0) + \int_{t_0}^t \Phi(t, s)b(s)ds \quad (1.18)$$

L'étude de l'observabilité des systèmes de la forme (1.15) nécessite l'introduction du **Grammien d'observabilité** :

Définition 4 : (*Grammien d'observabilité*)

Le **Grammien d'observabilité** du système (1.15) est une matrice symétrique définie positive, qui est définie sur un intervalle $[t_0; t_0 + T]$ par :

$$G(t_0, t_0 + T) = \int_{t_0}^{t_0+T} \Phi^T(t, t_0)C^T(t)C(t)\Phi(t, t_0)dt \quad (1.19)$$

Proposition 1 (Hammouri and de Leon Morales (1990)) :

Les trois propriétés suivantes sont équivalentes :

- i) le système (1.15) est observable sur l'intervalle $[t_0, t_0 + T]$
- ii) le Grammien d'observabilité $G(t_0; t_0 + T)$ est une matrice symétrique définie positive
- iii) Si pour tout $t \in [t_0, t_0 + T]$, $C(t)\Phi(t, t_0)x = 0$ alors $x = 0$.

Soit le système (1.20), dit **système affine en l'état**, qui est une famille de systèmes à temps-variant paramétrés par l'espace des entrées.

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = A(u(t))x(t) + b(u(t)) \\ y(t) = C(u(t))x(t) \end{cases} \quad (1.20)$$

Conformément à la **définition 2**, l'observabilité dépend de l'entrée u définie sur $[t_0; t_0 + T]$, appliquée au système (1.20) (c'est u qui rend ce système observable).

Soit la matrice de transition $\Phi_u(t, t_0)$ associée à l'entrée u , donnée par :

$$\begin{cases} \frac{d\Phi_u(t, t_0)}{dt} = A(u(t))\Phi_u(t, t_0) \\ \Phi_u(t_0, t_0) = I_n \end{cases} \quad (1.21)$$

Sur l'intervalle $[0; T]$, le **Grammien d'observabilité** $G(u, t_0, t_0 + T)$ associé à l'entrée u est :

$$G(u, t_0, t_0 + T) = \int_{t_0}^{t_0+T} \Phi_u^T(t, t_0)C^T(u(t))C(u(t))\Phi_u(t, t_0)dt \quad (1.22)$$

Proposition 2 (Bornard et al. (1989)), (Hammouri et al. (2002)) :

Le système (1.20) est observable pour une entrée u sur un intervalle $[t_0, t_0 + T]$, si l'une des

deux propriétés équivalentes suivantes est satisfaite :

- i) $\lambda_{min}(G(u, t_0, t_0 + T)) \succ 0$ (λ_{min} signifie la plus petite valeur propre).
- ii) Si pour tout $t \in [t_0, t_0 + T]$, $C(u(t))\Phi_u(t, t_0)x = 0$ alors $x = 0$.

L'expression de l'observateur que nous allons donner par la suite, sera pour une entrée dite **régulièrement persistante**.

Définition 5 : Entrée régulièrement persistante

On dit que u est une entrée régulièrement persistante, si $\exists \alpha_1 > 0, \alpha_2 > 0, t_0 \geq 0, \forall t \geq t_0$, nous avons :

$$\begin{cases} \lambda_{min}(G(u, t_0, t_0 + T)) \geq \alpha_1 \\ \lambda_{max}(G(u, t_0, t_0 + T)) \leq \alpha_2 \end{cases} \quad (1.23)$$

λ_{min} : la plus petite valeur propre,

λ_{max} : la plus grande valeur propre.

1.1.1.4 Observabilité uniforme

On a vu précédemment que pour un système linéaire à temps-invariant, la notion d'observabilité ne dépend pas de l'entrée appliquée. Alors que pour le cas d'un système non linéaire, le système peut être observable pour certaines entrées tout en ayant d'autres entrées qui le rendent inobservable. C'est pour cette raison que la synthèse d'un observateur pour les systèmes non linéaires est un problème très compliqué. Nous verrons par la suite qu'il est possible de construire un observateur pour certaines familles de ces systèmes comme les systèmes affines en l'état et les systèmes affines en l'état modulo une injection de sortie. Cependant, généralement l'observabilité pour les cas des systèmes non linéaires n'est pas suffisante pour assurer la synthèse d'un observateur. Mais pour des structures particulières, il sera possible de synthétiser un observateur. Dans la suite, nous allons nous intéresser à une classe intéressante dit **systèmes uniformément observables** qui sont des systèmes non linéaires observables indépendamment des entrées. Et nous allons donner quelques structures particulières.

Encore une fois, nous allons considérer les systèmes (1.6) :

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = f(x(t), u(t)) \\ y(t) = h(x(t)) \end{cases} \quad (1.24)$$

Définition 5 : Observabilité uniforme

Le système (1.24) est dit uniformément observable, s'il est observable indépendamment de l'entrée, c.-à-d., sur tout intervalle $[0, T]$ et $\forall u$.

Il y a, pour certaines classes de ce type des systèmes, des transformations permettant de les

mettre sous ce qu'on appelle des **formes canoniques** ou **normales**, qui sont généralement de forme triangulaires. Alors, il sera possible pour ces formes de synthétiser un observateur.

Le premier résultat a initialement été présenté dans (Gauthier and Bornard (1981)) pour le cas mono-sortie. Il a été ensuite repris dans (Gauthier et al. (1992)), où une preuve plus courte a été donnée avec un observateur à grand gain pour la forme canonique associée. Plusieurs extensions ont été développées à partir de ces résultats pour le cas multi-sortie (Hammouri and Farza (2003)), (Gauthier and Kupka (1994)).

Dans un premier temps, nous allons commencer par le cas simple d'un système affine en l'entrée, cas **SISO** (mono-sortie et mono-entrée ou Single Input Single Output, en anglais). Ensuite, le cas mono-sortie et multi-entrées. Puis, nous allons donner la forme canonique d'une classe MIMO (multi-sorties et multi-entrées ou Multi Input Multi Output en anglais). Et enfin, nous présenterons une dernière forme canonique qu'on a utilisé dans le cas d'un procédé de cristallisation en batch de l'acide adipique. Cet observateur a été utilisé afin d'estimer les moments nécessaire pour déterminer la valeur de la taille moyenne de la distribution de tailles de cristaux (Afsi et al. (2016)).

• **Première classe C_1**

Le système affine en l'entrée, mono-sortie et mono-entrée est de la forme :

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = f(x(t)) + u(t)g(x(t)) \\ y(t) = h(x(t)) \end{cases} \quad (1.25)$$

avec $x(t) \in V$ (ouvert de R^n), $u \in R$ et f et g sont de classe C^n .

Soit la transformation ϕ définie par :

$$\begin{aligned} \phi &: R^n \rightarrow R^n \\ x &\mapsto [h(x) \ L_f h(x) \ \dots \ L_f^{n-1} h(x)]^T \end{aligned} \quad (1.26)$$

Théorème 2 ((Gauthier and Bornard (1981)), (Gauthier et al. (1992))) :

Si le système (1.25) est uniformément observable, alors \exists un ouvert dense \tilde{V} de $V / \forall x^0 \in \tilde{V}, \exists$ un voisinage ouvert $V_0 /$ la restriction du système (1.25) à ce voisinage se transforme avec la transformation ϕ (en posant $z = \phi(x)$) sous la forme triangulaire :

$$\begin{cases} \dot{z}(t) = Az(t) + F(z(t)) + u(t)G(z(t)) \\ y(t) = Cz(t) = z_1 \end{cases} \quad (1.27)$$

avec :

$$A = \begin{pmatrix} 0 & 1 & \dots & 0 \\ 0 & 0 & \ddots & \vdots \\ \vdots & \vdots & \ddots & 1 \\ 0 & 0 & \dots & 0 \end{pmatrix}, F(z) = \begin{pmatrix} 0 \\ \vdots \\ 0 \\ F_n(z) \end{pmatrix}, G(z) = \begin{pmatrix} G_1(z_1) \\ \vdots \\ G_{n-1}(z_1, \dots, z_{n-1}) \\ G_n(z) \end{pmatrix}, C = (1, 0, \dots, 0) \quad (1.28)$$

• **Deuxième classe C_2**

Cette deuxième classe représente le cas **mono-sortie et multi-entrées**, où le système est de la forme suivante :

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = f_0(x(t)) + \sum_{i=1}^{i=m} u_i(t) f_i(x(t)) \\ y(t) = h(x(t)) \end{cases} \quad (1.29)$$

Soit maintenant ϕ définit par :

$$\begin{aligned} \phi : R^n &\rightarrow R^n \\ x &\mapsto [h(x)L_{f_0}h(x) \dots L_{f_0}^{n-1}h(x)]^T \end{aligned} \quad (1.30)$$

Avec le même changement de variable ($z = \phi(x)$) et en utilisant ϕ (Eq. 1.30), le système (1.29) se transforme sous la forme triangulaire :

$$\begin{cases} \dot{z}(t) = Az(t) + F_0(z(t)) + \sum_{i=1}^{i=m} u_i(t) F_i(z(t)) \\ y(t) = Cz(t) = z_1 \end{cases} \quad (1.31)$$

avec :

$$A = \begin{pmatrix} 0 & 1 & \dots & 0 \\ 0 & 0 & \ddots & \vdots \\ \vdots & \vdots & \ddots & 1 \\ 0 & 0 & \dots & 0 \end{pmatrix}, F_0(z) = \begin{pmatrix} 0 \\ \vdots \\ 0 \\ F_{0n}(z) \end{pmatrix}^T, C = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ \dots \\ 0 \end{pmatrix}^T \quad (1.32)$$

$$\begin{cases} F_j(z) = (F_{j1}(z), \dots, F_{jn}(z))^T \\ F_{ji}(z) = F_{ji}(z_1, \dots, z_i), \text{ pour } 1 \leq i \leq n \text{ et } 1 \leq j \leq m \end{cases} \quad (1.33)$$

• **Troisième classe C_3**

Considérons maintenant le cas du système non linéaire MIMO ayant la forme canonique sui-

vante (Busawon (1998)) :

$$\begin{cases} \dot{z}_1(t) = F_1(z_1(t), z_2(t), u(t)) \\ \vdots \\ \dot{z}_k(t) = F_k(z_1(t), \dots, z_{k+1}(t), u(t)) \\ \dot{z}_q(t) = F_q(z(t), u(t)) \\ y(t) = Cz(t) = z_1(t) \end{cases} \quad (1.34)$$

avec $x(t) \in R^n$, $u(t) \in R^m$ et $y(t) \in R^p$,

$$z = \begin{pmatrix} z_1 \\ \vdots \\ z_q \end{pmatrix} \text{ où } z_k \in R^{n_k} \text{ (} 1 \leq k \leq q-1 \text{) tel que } n_1 \geq n_2 \geq \dots \geq n_q.$$

Pour pouvoir synthétiser un observateur pour cette forme du système, il faut que la condition suivante de rang soit vérifiée :

$$\text{rang}\left(\frac{\partial F^k}{\partial z^{k+1}}\right) = n_{k+1} \quad (1.35)$$

On sait que pour chaque $(u, z^1, z^2, \dots, z^k)$ ($1 \leq k \leq q-1$), la fonction $z^{k+1} \mapsto F^k(u, z^1, z^2, \dots, z^k, z^{k+1})$ est un difféomorphisme local.

- **Quatrième classe C_4**

Dans ce travail, nous avons utilisé une autre forme canonique intéressante des systèmes non linéaire (Farza et al. (1998)), (Farza et al. (1997)), pour estimer les moments qui interviennent dans le calcul de la taille moyenne de la distribution de tailles de cristaux (DTC). Cette classe possède la structure suivante :

$$\begin{cases} \dot{x}_1(t) = A_1(u(t), s(t))x_2 + \psi_1(u(t), s(t), x_1(t)) + \epsilon_1(t) \\ \vdots \\ \dot{x}_{q-1}(t) = A_{q-1}(u(t), s(t))x_q + \psi_{q-1}(u(t), s(t), x_1(t), \dots, x_{q-1}(t)) + \epsilon_{q-1}(t) \\ \dot{x}_q(t) = \psi_q(u(t), s(t), x(t)) + \epsilon_q(t) \\ y(t) = x_1(t) = Cx \end{cases} \quad (1.36)$$

avec :

$$x = \begin{pmatrix} x_1 \\ \vdots \\ x_q \end{pmatrix} \in R^n, x_i = \begin{pmatrix} x_{i1} \\ \vdots \\ x_{ik_i} \end{pmatrix} \in R^{k_i} \text{ (} i = 1, \dots, q \text{), } n = k_1 + \dots + k_q, A_i(u(t), s(t))$$

est une matrice carrée de dimension $(k_i \times k_{i+1})$, $\psi = \begin{pmatrix} \psi_1 \\ \vdots \\ \psi_q \end{pmatrix} \in R^n$, $\epsilon = \begin{pmatrix} \epsilon_1 \\ \vdots \\ \epsilon_q \end{pmatrix} \in R^n$ et

$C = \begin{pmatrix} I_{k_1} & 0_{k_1 \times k_2} & 0_{k_1 \times k_3} & \cdots & 0_{k_1 \times k_q} \end{pmatrix} \in R^n$ avec I_{k_1} est la matrice identité de dimension $(k_1 \times k_1)$ et $0_{k_1 \times k_i}$ est la matrice nulle de dimension $(k_1 \times k_i)$ ($i = 2, \dots, q$).

On suppose qu'on connaît $u(t)$, $y(t)$ et $s(t)$ et que les ϵ_i modélisent toutes les perturbations non mesurées et/ou l'incertitude qui est **une fonction supposée inconnue mais bornée**.

$C_1 - C_4$ représentent une partie des formes canoniques qui sont utiliser pour synthétiser des observateurs de type grand gain.

1.1.2 Synthèse d'observateurs pour les systèmes linéaires

Dans ce paragraphe, nous allons donner la structure de deux grand types d'estimateurs qui sont largement utilisés dans le cas de système linéaire : l'observateur de type Luenberger et celui de type Kalman.

1.1.2.1 Observateurs de Luenberger

Pour le cas linéaire à coefficients constants, l'observateur a été introduit par Luenberger (Luenberger (1966)), (Luenberger (1971)). L'observateur de Luenberger est basé sur un placement des pôles afin de garantir sa stabilité. Pour le système (1.1), cet observateur est de la forme suivante :

$$\dot{\hat{x}}(t) = A\hat{x}(t) + Bu(t) + K(y(t) - C\hat{x}(t)) \quad (1.37)$$

avec \hat{x} du vecteur de variables d'état x et K représente le gain de l'observateur.

Soit e_{est} , l'erreur d'estimation, définit par :

$$e_{est}(t) = \hat{x}(t) - x(t) \quad (1.38)$$

alors sa dynamique est donnée par :

$$\dot{e}_{est}(t) = (A - KC)e_{est}(t) \quad (1.39)$$

Pour que le système (1.39) soit exponentiellement stable, il faut choisir K telle que les valeurs propres de $(A - KC)$ soient à parties réelles négatives.

On peut alors constater que la dynamique de l'observateur (1.37) n'est qu'une copie du modèle

(1.1) à laquelle nous rajoutons $K(y(t) - C\hat{x}(t))$, dit **terme de correction** ou aussi **terme d'anticipation**, qui permet de faire converger l'état estimé vers l'état réel.

Le système (1.1) est dit **non observable**, si :

$$\text{rang}(M = \begin{pmatrix} C \\ CA \\ \vdots \\ CA^{n-1} \end{pmatrix}) < n \quad (1.40)$$

On parle ainsi des modes non observables (Busawon (1996)).

Soit r le rang de la matrice M ($r < n$), L_1 une matrice de rang r formée par r lignes indépendantes de M et L_2 n'importe quelle matrice formée par $n - r$ lignes choisies de sorte que la matrice :

$$P = \begin{bmatrix} L_1 \\ L_2 \end{bmatrix} \quad (1.41)$$

soit inversible.

Soit z définit par :

$$z = Px = \begin{bmatrix} z_1 \\ z_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} L_1 \\ L_2 \end{bmatrix} \quad (1.42)$$

et la dérivée de z est de la forme suivante :

$$\begin{cases} \dot{z}_1(t) = \bar{A}_{11}z_1(t) + \bar{B}_1u(t) \\ \dot{z}_2(t) = \bar{A}_{21}z_1(t) + \bar{A}_{22}z_2(t) + \bar{B}_2u(t) \\ y(t) = \bar{C}z_1(t) \end{cases} \quad (1.43)$$

avec :

$$PAP^{-1} = \begin{bmatrix} \bar{A}_{11} & 0 \\ \bar{A}_{21} & \bar{A}_{22} \end{bmatrix}, PB = \begin{bmatrix} \bar{B}_1 \\ \bar{B}_2 \end{bmatrix}, \bar{C} = L_1C \quad (1.44)$$

Les valeurs propre de \bar{A}_{22} s'appellent modes non observables de (1.1).

Considérant maintenant le système réduit suivant :

$$\begin{cases} \dot{z}_1(t) = \bar{A}_{11}z_1(t) + \bar{B}_1u(t) \\ y(t) = \bar{C}z_1(t) \end{cases} \quad (1.45)$$

Par construction, nous avons :

$$\text{rang} \begin{pmatrix} \bar{C} \\ \bar{C}\bar{A}_{11} \\ \vdots \\ \bar{C}\bar{A}_{11}^{r-1} \end{pmatrix} = r. \quad (1.46)$$

Et donc le système (1.46) est observable.

Théorème 3 : *Observateur réduit*

L'observateur de Luenberger qui permet d'estimer $z_1(t)$ est de la forme suivante :

$$\dot{\hat{z}}_1(t) = \bar{A}_{11}\hat{z}_1(t) + \bar{B}_1u(t) + \bar{K}(y(t) - \bar{C}\hat{z}_1(t)) \quad (1.47)$$

Il faut choisir \bar{K} tel que les valeurs propres de $(A - \bar{K}C)$ soient à parties réelles négatives.

Dans le cas où les valeurs propres de \bar{A}_{22} sont toutes à parties réelles négatives, nous disons que

les modes non observables sont stables, et nous avons alors le résultats du théorème suivant :

Théorème 4 :

Soit $K1 = P^{-1} \begin{pmatrix} \bar{K} \\ 0 \end{pmatrix}$, alors le système (1.48) est un observateur exponentiel :

$$\dot{\hat{x}}(t) = A\hat{x}(t) + Bu(t) + K1(y(t) - C\hat{x}(t)) \quad (1.48)$$

1.1.2.2 Observateur de type Kalman

Dans le cas où les mesures sont affectées par un bruit, l'utilisation d'un filtre de type Kalman sert à minimiser la variance de l'erreur entre l'estimation de l'état (ou paramètre) et l'état réel (paramètre réel). Dans ce paragraphe, nous allons donner la structure de l'observateur de Kalman pour le système affine en l'état (1.20). Ensuite, nous allons étendre cet observateur pour le cas d'un système affines en l'état modulo une injection de sortie.

Un observateur de type Kalman pour le système (1.20) prend l'une de deux formes suivantes (Bornard et al. (1993)), (Hammouri and Morales (1991)) :

$$\begin{cases} \dot{\hat{x}} = A(u(t))\hat{x} + b(u(t)) - S^{-1}(t)C^T(u(t))(C(u(t))\hat{x} - y(t)) \\ \dot{S} = -\theta S(t) - A^T(u(t))S(t) - S(t)A(u(t)) + C^T(u(t))RC(u(t)) \end{cases} \quad (1.49)$$

$$\begin{cases} \dot{\hat{x}} = A(u(t))\hat{x} + b(u(t)) - S^{-1}(t)C^T(u(t))(C(u(t))\hat{x} - y(t)) \\ \dot{S} = -S(t)QS(t) - A^T(u(t))S(t) - S(t)A(u(t)) + C^T(u(t))RC(u(t)). \end{cases} \quad (1.50)$$

Avec : θ est un paramètre strictement positif de réglage, $S(0)(n \times n)$, $Q(n \times n)$ et $R(p \times p)$ sont des matrices constantes et sont symétriques définies positives, la condition initiale \hat{x} est quelconque.

Théorème 4 ((Hammouri et al. (2002)), (Bornard et al. (1989))) :

Si l'entrée $u(t)$ est régulièrement persistante (définition 5), alors les deux structures (1.49) et (1.50) forment deux observateurs exponentiels pour (1.20) :

$$\|\hat{x}(t) - x(t)\| \leq \mu e^{-\nu t} \|\hat{x}(0) - x(0)\| \quad (1.51)$$

où μ et ν sont des constantes positives.

Une extension des observateurs (1.49) et (1.50) aux systèmes affines en l'état modulo une injection de sortie (1.52) est donnée ci-dessous.

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = A(u(t), y(t))x(t) + b(u(t), y(t)) \\ y(t) = C(u(t))x(t). \end{cases} \quad (1.52)$$

$A(u(t), y(t))$ ($n \times n$) et $b(u(t), y(t))$ dépendent continûment de $(u(t), y(t))$ et $y(t)$ représente une combinaison des différents états. Le système est alors non linéaire par rapport à l'état et aussi par rapport à la commande. Et vu que $y(t)$ et $u(t)$ sont mesurés, le système (1.52) se comporte comme un système linéaire à temps-variant. Alors, la structure ci-dessus de l'observateur peut s'étendre au type de systèmes suivant :

$$\begin{cases} \dot{\hat{x}} = A(u(t), y(t))\hat{x} + b(u(t), y(t)) - S^{-1}(t)C^T(u(t))(C(u(t))\hat{x} - y(t)) \\ \dot{S} = P(y(t), u(t), S(t)) \end{cases} \quad (1.53)$$

$P(y(t), u(t), S(t))$ peut prendre l'une des deux formes suivantes :

$$-\theta S(t) - A^T(u(t), y(t))S(t) - S(t)A(u(t), y(t)) + C^T(u(t))RC(u(t)) \quad (1.54)$$

ou bien :

$$-S(t)QS(t) - A^T(u(t), y(t))S(t) - S(t)A(u(t), y(t)) + C^T(u(t))RC(u(t)) \quad (1.55)$$

où $S(0)(n \times n)$, $Q(n \times n)$ et $R(p \times p)$ sont des matrices constantes symétriques définies positives.

1.1.3 Synthèse d'observateur pour les systèmes non linéaires

1.1.3.1 Observateur de Kalman étendu

Considérons de nouveau le système non linéaire (1.6) :

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = f(x(t), u(t)) \\ y(t) = h(x(t)) \end{cases} \quad (1.56)$$

La structure du Filtre de Kalman Etendu (FKE) est de la forme suivante :

$$\begin{cases} \dot{\hat{x}}(t) = f(\hat{x}(t), u(t)) - S\left(\frac{\partial h(\hat{x}(t), u(t))}{\partial x}(\hat{x})\right)^T R^{-1}(\hat{y}(t) - y(t)) \\ \dot{S} = S\left(\frac{\partial f(\hat{x}(t), u(t))}{\partial x}\right)^T + \left(\frac{\partial f(\hat{x}(t), u(t))}{\partial x}\right)S - S\left(\frac{\partial h(\hat{x}(t), u(t))}{\partial x}\right)^T R^{-1}\left(\frac{\partial h(\hat{x}(t), u(t))}{\partial x}\right)S + Q \\ \hat{y} = h(\hat{x}(t), u(t)) \end{cases} \quad (1.57)$$

Q et R sont deux matrices de conception, la première représente les variances des bruits de dynamique et la deuxième d'observation.

Le principal défaut d'un tel observateur est le manque de résultat qui prouve sa stabilité. Ainsi, dans certains cas, cet observateur peut diverger, ce qui restreint en partie son usage. Toutefois, les résultats de convergence pour ce filtre ont été donnés pour certaines classes de systèmes uniformément observables (Deza et al. (1992)), (Boizot (2010)).

1.1.3.2 Observateur à grand gain

Dans ce paragraphe, nous allons utiliser les différentes formes canoniques particulières décrites précédemment (Eq. (1.25), Eq. (1.29), Eq. (1.34), Eq. (1.36)), pour synthétiser un observateur grand gain. Un tel observateur est spécifique pour la classe des systèmes uniformément observables.

- **Observateur pour (C_1)**

D'abord, reconsidérons la forme canonique, mentionnée ci-dessus, pour le cas mono sortie (1.31) :

$$\begin{cases} \dot{z}(t) = Az(t) + F(z(t)) + u(t)G(z(t)) \\ y(t) = Cz(t) = z_1 \end{cases} \quad (1.58)$$

Sous l'hypothèse que F et G sont globalement Lipschitz, un observateur de type grand gain pour cette structure est de la forme (Gauthier and Bornard (1981)), (Gauthier et al. (1992)) :

$$\dot{\hat{z}}(t) = A\hat{z}(t) + F(\hat{z}(t)) + u(t)G(z(t)) - \Delta_\theta KC^T(C\hat{z}(t) - y(t)) \quad (1.59)$$

θ est un paramètre de réglage qui est strictement positif, $\Delta_\theta = \begin{pmatrix} \theta & 0 & \dots & 0 \\ 0 & \theta^2 & 0 & \vdots \\ \vdots & 0 & \ddots & 0 \\ 0 & \dots & 0 & \theta^n \end{pmatrix}$, K est un

vecteur colonne, et doit être choisi pour que la matrice $(A - KC)$ soit stable.

Rappelons les structures de deux matrice A et C qui sont données par :

$$A = \begin{pmatrix} 0 & 1 & \dots & 0 \\ 0 & 0 & \ddots & \vdots \\ \vdots & \vdots & \ddots & 1 \\ 0 & 0 & \dots & 0 \end{pmatrix}, C = (1, 0, \dots, 0) \quad (1.60)$$

Cette matrice A , dite **matrice anti shift ou décalage**, est constituée par des 1 sur la deuxième diagonale supérieur et par de zéros pour le reste des composants. Le gain de l'observateur K , se calcule par rapport à la partie linéaire du système. Pour un θ suffisamment grand, l'impact de la partie non linéaire sera négligeable. Ainsi, le nom d'observateur "grand gain" vient du fait que l'ajout d'une importante valeur de θ peut engendrer une valeur très grande des gains.

- **Observateur pour (C_2)**

Pour le cas mono-sortie et multi-entrées, où le système est de la forme (1.29) :

$$\begin{cases} \dot{x}(t) = f_0(x(t)) + \sum_{i=1}^{i=m} u_i(t) f_i(x(t)) \\ y(t) = h(x(t)) \end{cases} \quad (1.61)$$

Nous allons exploiter la structure (1.31) - (1.33) pour synthétiser un observateur à grand gain pour ce système. Pour ce faire, il faudra supposer que les termes F_0, \dots, F_{0m} (termes non linéaires (1.32)) sont **global Lipschitz** (Gauthier et al. (1992)), (Gauthier and Kupka (1994)) :

$$\exists \beta_0 \succ 0, \dots, \beta_m \succ 0, \forall x_1, x_2 : \|F_i(u, x_1) - F_i(u, x_2)\| \leq \beta_i \|x_1 - x_2\| \quad (1.62)$$

Une telle hypothèse est toujours vérifiable lorsque l'état est bornée, et cela est bien souvent le cas avec les procédés physiques.

Sous cette hypothèse, nous avons l'observateur suivant est un observateur exponentiel pour (1.31) :

$$\dot{\hat{z}}(t) = A\hat{z}(t) + F_0(\hat{z}(t)) + \sum_{i=1}^{i=m} u_i(t) F_i(\hat{z}(t)) - S_\theta^{-1} C^T (C\hat{z}(t) - y(t)) \quad (1.63)$$

Et pour une entrée borné u , nous avons (Gauthier et al. (1991)) :

$$\|\hat{z}(t) - z(t)\| \leq \mu e^{-\lambda t} \|\hat{z}(0) - z(0)\| \quad (1.64)$$

λ et μ : deux constantes qui dépendent du paramètre de réglage θ

S_θ : matrice symétrique définie positive solution de l'équation algébrique suivante :

$$\theta S_\theta + A^T S_\theta + S_\theta A = C^T C \quad (1.65)$$

$(S_\theta)_{ij}$ ont la forme suivante :

$$(S_\theta)_{ij} = \theta^{-i-j+1} S_{ij} \quad (1.66)$$

S_{ij} : coefficients de la matrice S solution de l'équation algébrique suivante :

$$S + A^T S + S A = C^T C \quad (1.67)$$

Afin d'estimer la variable $x(t)$ (1.31), il faut utiliser la transformation inverse de ϕ (1.30) :

$$\dot{x}(t) = f_0(x(t)) + \sum_{i=1}^{i=m} u_i(t) f_i(x(t)) - \left. \frac{\partial \phi}{\partial x} \right|_{\hat{x}(t)}^{-1} S_\theta^{-1} C^T (C \hat{z}(t) - y(t)) \quad (1.68)$$

La convergence d'un tel observateur dépend du choix du θ . Il faut choisir un θ assez grand pour garantir la convergence de l'observateur, d'où la dénomination «Observateur à grand gain».

• **Observateur pour (C_3)**

Nous allons maintenant donner la forme de l'observateur à grand gain pour le cas MIMO (1.34). D'abord, pour synthétiser un observateur pour cette forme du système, il faut que la condition de rang (1.35) soit vérifiée.

Nous savons que pour chaque $(u(t), z^1(t), z^2(t), \dots, z^k(t))$ ($1 \leq k \leq q - 1$), la fonction $z^{k+1}(t) \mapsto F^k(u(t), z^1(t), z^2(t), \dots, z^k(t), z^{k+1}(t))$ est un difféomorphisme local.

Soit aussi :

$$\phi^1(u(t), z(t)) = z_1(t) \quad (1.69)$$

$$\phi^k(u(t), z^1(t), z^2(t), \dots, z^k(t)) = \frac{\partial \phi^{k-1}}{\partial z^{k-1}}(u(t), z^1(t), z^2(t), \dots, z^{k-1}(t)) F^{k-1}(u(t), z^1(t), z^2(t), \dots, z^k(t)) \quad (1.70)$$

L'observateur à grand gain pour le système (1.34) est de la forme (Hammouri and Farza (2003)) :

$$\dot{\hat{z}}(t) = F(u(t), \hat{z}(t)) - \Lambda(u(t), \hat{z}(t)) \Delta_\theta \tilde{K} (C \hat{z}(t) - y(t)) \quad (1.71)$$

où :

$$\Lambda(u(t), \hat{z}(t)) = \left[\left(\frac{\partial \phi}{\partial z(t)} \right)^T \frac{\partial \phi}{\partial z(t)} \right]^{-1} \left(\frac{\partial \phi}{\partial z(t)} \right)^T \quad (1.72)$$

et :

$$\phi = \begin{pmatrix} \phi^1 & \phi^2 & \dots & \phi^q \end{pmatrix}, \Delta_\theta = \begin{pmatrix} \theta I_{n_1} & 0 & \dots & 0 \\ 0 & \theta^2 I_{n_1} & 0 & \vdots \\ \vdots & \dots & \ddots & 0 \\ 0 & \dots & 0 & \theta^q I_{n_1} \end{pmatrix}, \text{ avec } I_{n_1} : \text{matrice identité} \\ (n_1 \times n_1).$$

\tilde{K} ($qn_1 \times n_1$) est une matrice constante, tel que $(\tilde{A} - \tilde{K}\tilde{C})$ est Hurwitz, où \tilde{A} et \tilde{C} sont définies par :

$$\tilde{A} = \begin{pmatrix} 0 & I_{n_1} & 0 & \dots & \dots & 0 \\ \vdots & 0 & I_{n_1} & 0 & \dots & \vdots \\ \vdots & \dots & \ddots & \ddots & \ddots & \vdots \\ \vdots & \dots & \dots & \ddots & \ddots & 0 \\ \vdots & \dots & \dots & \dots & \ddots & I_{n_1} \\ 0 & \dots & \dots & \dots & \dots & 0 \end{pmatrix}, \tilde{C} = \begin{pmatrix} I_{n_1} & 0 & \dots & 0 \end{pmatrix}.$$

• **Observateur pour (C_4)**

Afin de synthétiser un observateur pour le système (1.36), nous avons besoin de vérifier les hypothèse suivantes (Farza et al. (1998)) :

- H1) Les ψ_i du système (1.36) sont **global Lipschitz**.
- H2) Chaque $A_i(u(t), s(t))$ est une matrice dérivable par rapport à t et inversible et sa dérivée est bornée.
- H3) $\forall i(i=1, \dots, q-1), \exists \alpha_i \succ 0, \exists \beta_i \succ 0$ tels que :

$$\forall t \geq 0, \alpha^2 I_{k_{i+1}} \leq A_i^T(u(t), s(t)) A_i(u(t), s(t)) \leq \beta^2 I_{k_{i+1}}$$

$I_{k_{i+1}}$: matrice identité de dimension $(k_{i+1} \times k_{i+1})$

L'hypothèse H3) est équivalente à :

$$\begin{cases} \lambda_{\min}(A_i^T(u(t), s(t)) A_i(u(t), s(t))) \geq \alpha^2 \\ \lambda_{\max}(A_i^T(u(t), s(t)) A_i(u(t), s(t))) \leq \beta^2 \end{cases} \quad (1.73)$$

avec : λ_{min} : la plus petite valeur propre et λ_{max} : la plus grande valeur propre.

Un observateur à grand gain pour la structure (1.36) est de la forme suivante (Farza et al. (1997)), (Farza et al. (1998)), (Farza et al. (2004)) :

$$\dot{\hat{x}} = A(u(t), s(t))\hat{x} + \psi(u(t), s(t), \hat{x}(t)) - \Lambda^{-1}S_{\theta}^{-1}C^T(C\hat{x} - y) \quad (1.74)$$

Avec :

$$A(u(t), s(t)) = \begin{pmatrix} 0 & A_1(u(t), s(t)) & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & 0 & A_2(u(t), s(t)) & \cdots & 0 \\ \vdots & 0 & 0 & \ddots & 0 \\ 0 & \cdots & \cdots & 0 & A_{q-1}(u(t), s(t)) \\ 0 & \cdots & \cdots & 0 & 0 \end{pmatrix} \in R^n,$$

$$\Lambda = \text{diag}[I_{k_1}, A_1(u(t), s(t)), A_1(u(t), s(t)) \times A_2(u(t), s(t)), \cdots, A_1(u(t), s(t)) \times \cdots \times A_{q-1}(u(t), s(t))],$$

$$\psi(u(t), s(t), \hat{x}(t)) = \begin{pmatrix} \psi_1(u(t), s(t), \hat{x}_1(t)) \\ \vdots \\ \psi_{q-1}(u(t), s(t), \hat{x}_1(t), \hat{x}_{q-1}(t)) \\ \psi_q(u(t), s(t), \hat{x}(t)) \end{pmatrix},$$

S_{θ} est une matrice symétrique définit positive satisfaisant l'équation algébrique suivante :

$$\theta S_{\theta} + \bar{A}^T S_{\theta} + S_{\theta} \bar{A} = C^T C.$$

$$\text{où } \bar{A} = \begin{pmatrix} 0 & I_{k_1} & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & 0 & I_{k_1} & \cdots & 0 \\ \vdots & \ddots & \ddots & \ddots & \vdots \\ 0 & 0 & 0 & \cdots & I_{k_1} \\ 0 & 0 & 0 & \cdots & 0 \end{pmatrix}$$

et $(S_{\theta})_{ij}$ ont la forme suivante :

$$(S_{\theta})_{ij} = \theta^{-i-j+1} S_{ij}$$

S_{ij} : coefficients de la matrice S solution de l'équation algébrique suivante :

$$S + \bar{A}^T S + S \bar{A} = C^T C$$

Et par conséquent le gain de l'observateur $\Lambda^{-1}S_\theta^{-1}C^T$ est de la forme (Farza et al. (1998)), (Farza et al. (2004)) :

$$\Lambda^{-1}S_\theta^{-1}C^T = \begin{pmatrix} \alpha_1 \times \theta \times I_{k_1} \\ \alpha_2 \times \theta^2 \times A_1^{-1}(u(t), s(t)) \\ \vdots \\ \alpha_q \times \theta^q \times (A_1(u(t), s(t)) \times \cdots \times A_{q-1}(u(t), s(t)))^{-1} \end{pmatrix}$$

où les α_i sont des termes positifs qui ne dépendent pas de θ .

Théorème 3 : ((Farza et al. (1998)), (Gauthier et al. (1992)))

*Supposons que le système (1.36) satisfait les hypothèses **H1**, **H2** et **H3**, alors :*

$$\|\hat{x}(t) - x(t)\| \leq \eta e^{-\mu t} \|\hat{x}(0) - x(0)\| + \gamma \epsilon_\infty \quad (1.75)$$

où ϵ_∞ est la norme de l'infini (L_∞) de $\epsilon(t)$, $\eta \geq 0$, $\mu \geq 0$, $\gamma \geq 0$, sont des constantes.

Cela implique que, si $\epsilon = 0$, alors le système (1.36) est un observateur exponentiel du système (1.74).

Il existe d'autres formes canoniques qui sont utilisées pour synthétiser des observateurs à grand gain dans la littérature ((Deza et al. (1992)), (Gauthier and Kupka (1994)), (Hammouri and Farza (2003))).

1.2 Commande sans modèle

Pour prédire le comportement du processus et concevoir un contrôleur efficace et robuste, il est nécessaire de disposer d'un modèle mathématique précis. Cependant, en génie des procédés, comme dans de nombreux domaines des sciences de l'ingénieur, le développement d'un «bon» modèle mathématique est une tâche difficile, voire même impossible. Vu le comportement fortement non linéaire, la difficulté de caractériser plusieurs effets phénoménologiques, l'incertitude des paramètres cinétiques et les perturbations inconnues, le modèle adopté ne peut pas décrire convenablement le comportement réel du processus, ce qui engendre une mauvaise stratégie de commande. Ces difficultés expliquent pourquoi le monde industriel n'est pas toujours satisfait suite à l'utilisation de la plupart des techniques issues de la théorie "moderne" du contrôle, qui reposent trop souvent sur une modélisation mathématique "précise", alors que des progrès considérables ont été réalisés au cours des dernières années. La "commande sans modèle" (Model-Free Control (MFC) en anglais) et ses correcteurs "intelligents" ont été développés pour combler toutes ces lacunes par (Fliess and Join (2013)). Plusieurs publications dans une grande variété de domaines ont démontré leur efficacité et leur simplicité. Citons par exemple : les convertisseurs DC/DC (Michel et al. (2010)), les quadrotors (Barth et al. (2018)), la régulation de la glycémie pour le diabète de type 1 (Ridha and Moog (2015)), le contrôle de la force musculaire par électrostimulation (Hmed et al. (2015))... etc. L'expression "contrôle sans modèle" apparaît plusieurs fois dans la littérature (Nagy et al. (2008)), (Kacker et al. (2015)), mais dans des sens différents de celle-ci. Le contrôle sans modèle repose sur un modèle local, mis à jour à chaque période d'échantillonnage, en se basant seulement sur la seule connaissance relative au comportement entrée-sortie. Elle diffère de l'identification de type "boîte noire" que l'on trouve dans la littérature (Kerschen et al. (2006)), (Suykens and Vandewalle (2012)), (Crawford et al. (2019)), (Arendt et al. (2018)), où il faut trouver un modèle qui soit valide sur une plage de fonctionnement aussi large que possible.

Cette commande a été appliquée à la commande d'un quadrotor en (Wang et al. (2013)), et a été comparé à la commande backstepping et aussi à la commande en mode glissant, et la stabilité du système est démontrée. L'algorithme MFC été discuté dans (Roman et al. (2016)) et comparé à l'algorithme de la commande adaptative sans modèle, les deux techniques basées sur des données sont validées expérimentalement sur un système aérodynamique à double rotor (TRAS). D'autres applications intéressantes de la MFC qui ont été validées par simulation sont rapportées dans (Precup (2017)), où cet algorithme est appliqué pour la régulation du niveau d'eau des centrales hydroélectriques dans (Menhour et al. (2015)).

L'inconvénient majeur de l'algorithme de la MFC concerne la mauvaise estimation de F qui

représente à la fois la dynamique inconnue ou peu connue du système et toute perturbation externe ce qui peut affecter la performance de la commande. De même, la sortie avec le bruit de la mesure va aussi affaiblir l'efficacité car l'erreur estimée va augmenter.

Pour garantir la convergence, une autre version de MFC était proposée par (Precup (2014)), et dont la structure est une combinaison d'un PI intelligent (iPD) avec le mode glissant (sliding mode). La commande à mode glissant combinée avec le contrôleur PD intelligent (iPD) est proposée dans (Wang et al. (2015)) et appliqué à un système quadrotor. Les résultats de la simulation sont comparés avec un contrôleur PD classique et un contrôleur iPD. Deux structures de commande sans modèle qui incluent la commande avec mode glissant ont été proposées en (Precup (2017)). Les deux structures de contrôle ont été validées en temps réel sur un système aérodynamique à double rotor. La comparaison des performances avec le PI intelligent prouve l'amélioration des performances et l'efficacité des nouvelles structures. Dans cette section, nous allons présenter la théorie de la commande sans modèle et les différentes structures concourantes.

1.2.1 Principe de la commande sans modèle et ses correcteurs "intelligents"

Le contrôle sans modèle repose sur un modèle local, mis à jour aux instants d'échantillonnage iT_e (T_e est la période d'échantillonnage), en se basant uniquement sur la seule connaissance relative au comportement entrée-sortie.

On remplace le modèle mathématique complexe par le modèle Eq. (1.76), dit "ultra-local" qui est valable durant l'intervalle $[iT_e, (i+1)T_e]$, (Fliess and Join (2013)) :

$$y^{(\nu)} = F + \alpha u \quad (1.76)$$

$y^{(\nu)}$ correspond à la dérivée de sortie d'ordre $\nu \geq 1$, qui est généralement choisie égale à 1 ou 2 par le praticien (Fliess and Join (2013)), u représente l'entrée du système, α représente un paramètre constant (indépendant des phénomènes physiques), choisit de telle sorte que αu et $y^{(\nu)}$ soient du même ordre de grandeur. F qui représente à la fois la dynamique inconnue ou peu connue du système et toute perturbation externe est actualisée comme suit :

$$[F(t)]_{est} = [y^{(\nu)}(t)]_{est} - \alpha u(t). \quad (1.77)$$

Avec $[\dots]_{est}$ représente une valeur estimée.

Pour $\nu = 1$ dans Eq. (1.76), nous obtenons (Hmed et al. (2015)), (Precup (2017)), (Barth et al.

(2018), (Afsi et al. (2018)) :

$$\dot{y}(t) = F(t) + \alpha u(t) \quad (1.78)$$

Nous avons l'équation suivante pour estimer F et réactualiser le modèle *ultra-local* :

$$[F(t)]_{est} = [\dot{y}(t)]_{est} - \alpha u(t). \quad (1.79)$$

La dérivée de y dans (1.79), \dot{y} , est estimée numériquement à l'aide d'une dérivée de premier ordre plus un filtre passe-bas dont la fonction de transfert est décrite ci-dessous :

$$H_{filter} = \frac{K_{filter}s}{1 + T_{filter}s} \quad (1.80)$$

K_{filter} et T_{filter} sont respectivement le gain du filtre et sa constante de temps. T_{filter} doit être choisie de façon à trouver un compromis entre la minimisation de l'effet du bruit et le délai qu'elle induit.

Soit e l'erreur de poursuite donnée par :

$$e(t) = y(t) - y(t)^* \quad (1.81)$$

avec $y(t)^*$ la trajectoire de référence désirée qui définit le comportement souhaité du système à contrôler.

On ferme la boucle avec un régulateur *intelligent proportionnel-intégral-dérivé*, noté iPID (figure 1.2) (Abouaïssa et al. (2017)) (Michel et al. (2010)) :

$$u(t) = -\frac{[F(t)]_{est} - \dot{y}^*(t) + k_P e(t) + k_I \int e(t) + k_D \dot{e}(t)}{\alpha} \quad (1.82)$$

avec k_P, k_I et $k_D \in R$ sont les gains du correcteur.

Si $k_D = 0$, il s'agit d'un régulateur *intelligent proportionnel-intégral*, ou iPI :

$$u(t) = -\frac{[F(t)]_{est} - \dot{y}^*(t) + k_P e(t) + k_I \int e(t)}{\alpha} \quad (1.83)$$

Si $k_I = 0$, il s'agit d'un régulateur *intelligent proportionnel-dérivé*, ou iPD :

$$u(t) = -\frac{[F(t)]_{est} - \dot{y}^*(t) + k_P e(t) + k_D \dot{e}(t)}{\alpha} \quad (1.84)$$

Si $k_D = k_P = 0$, il s'agit d'un régulateur *intelligent proportionnel*, ou iP :

$$u(t) = -\frac{[F(t)]_{est} - \dot{y}^*(t) + k_P e(t)}{\alpha} \quad (1.85)$$

Soit $e_{est}(t)$, l'erreur d'estimation, donnée par :

$$e_{est}(t) = \dot{y}(t) - [\dot{y}(t)]_{est} = F(t) - [F(t)]_{est} \quad (1.86)$$

Ainsi, d'après Eq. (1.78) et Eq. (1.82), la dynamique de l'erreur de suivi est caractérisée par :

$$\dot{e}(t) + k_P e(t) + k_I \int e(t) + k_D \dot{e}(t) = e_{est}(t). \quad (1.87)$$

On obtient alors une bonne poursuite, avec une bonne estimation de F , c'est-à-dire $F(t) - [F(t)]_{est} \approx 0$. Par conséquent, Eq. (1.87) devient :

$$\dot{e}(t) + k_P e(t) + k_I \int e(t) + k_D \dot{e}(t) \approx 0. \quad (1.88)$$

Si nous appliquons la transformation de Laplace des deux côtés de Eq. (1.88), l'équation caractéristique du système en boucle fermée devient :

$$f(s) = s^2 + k_P s + k_I + k_D s^2 \quad (1.89)$$

Eq. (1.89) est mathématiquement suffisante pour assurer la stabilité autour de la trajectoire de référence si $f(s)$ devient Hurwitz en choisissant k_P , k_I et k_D correctement, alors $e(t) \rightarrow 0$, ($t \rightarrow \infty$) (Gédouin et al. (2011)), (Choe (2016)).

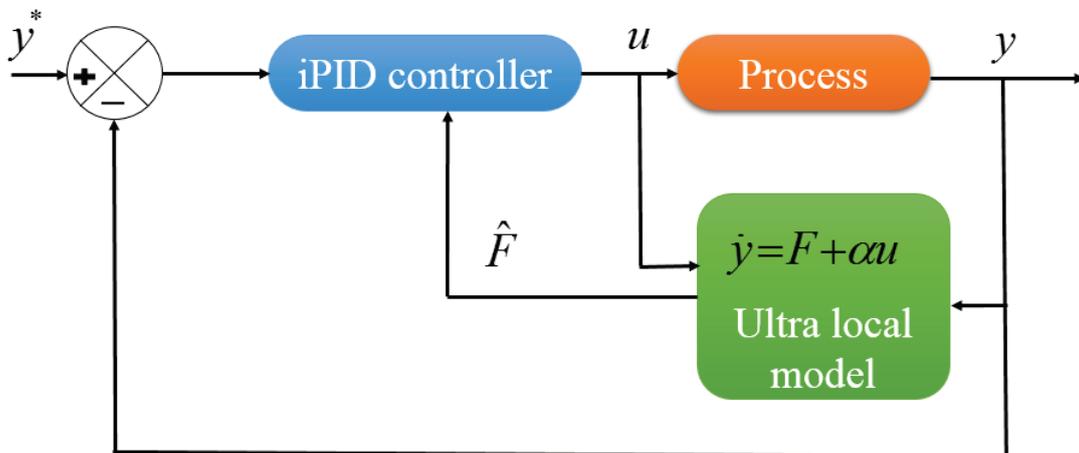


FIGURE 1.2 – Schéma bloc de la commande sans modèle.

Dans le cas d'un iP, la dynamique de l'erreur de suivi est caractérisée par :

$$\dot{e}(t) + k_P e(t) \approx 0 \quad (1.90)$$

Ainsi, si et seulement si $k_P > 0$ alors $e(t) \approx e(0) \exp^{-k_P t}$, et cela implique que :

$$\lim_{t \rightarrow +\infty} y(t) \approx y^*$$

Cela signifie que l'iP (ou bien le iPI ou iPID) assure un excellent suivi de la trajectoire de référence quand une bonne estimation est fournie. Néanmoins, si le résultat de l'estimation est inexact, cette approche ne sera pas efficace. De même, la sortie avec le bruit de la mesure va aussi affaiblir l'efficacité car l'erreur estimée va augmenter.

1.2.2 iPI avec sliding mode

Pour garantir la convergence, une autre version de MFC était proposée par (Precup (2017)), c'est le iPI avec sliding mode. Dans cette partie, nous allons détailler le principe de cette version. Tous d'abord, nous allons donner le principe de la commande par mode glissant suivie de la commande iPI avec mode glissant.

1.2.2.1 Commande par modes glissants

Depuis le début des années 60, la commande par mode glissant est apparue grâce aux résultats théoriques du mathématicien A.F. Philipov. D'autres développements ont été faits par l'équipe du professeur Emelyanov en union Soviétique à cause des problèmes de broutements (des oscillations de hautes fréquences) et de réalisation. Ainsi, cette commande a attendu la fin des années soixante-dix pour apparaître dans l'article précurseur de (Utkin (1977)). La commande par mode glissant (Sliding Mode Control en anglais (SMC)) fait partie de la famille des commandes à structure variable qui peut changer de structure et commuter entre plusieurs valeurs suivant une logique de commutation bien spécifique. Cette loi de commande discontinue consiste à contraindre le système à évoluer et rester sur une surface choisie en fonction des états du système, dite surface de glissement, où le comportement résultant correspond aux dynamiques souhaitées (Utkin (1978)), (Edwards and Spurgeon (1998)), (Perruquetti and Barbot (2002)). Ce comportement dynamique résultant s'appelle **régime glissant idéal**.

La réalisation de cette commande se déroule en deux temps. D'abord, une surface est déterminée afin de satisfaire les performances désirées, puis une loi de commande discontinue est synthéti-

sée afin d'obliger le système à atteindre cette surface puis à y rester. Une fois l'état est maintenu sur la surface de commutation, le système se trouve en régime glissant et sa dynamique est alors insensible aux variations des paramètres du processus, aux erreurs de modélisation et certaines perturbations extérieures tant que le régime glissant est assuré (GUEZMIL (2017)). Vu la simplicité de sa conception, son implémentation et sa robustesse vis-à-vis de certaines incertitudes paramétriques et perturbations, cette commande est adaptée dans des domaines très variés tels que la robotique (Behtash (1990)), (de Jesús Rubio (2017)), (Wang et al. (2016)), l'électrotechnique (GUEZMIL (2017)), (Bounasla (2018)), (Wang et al. (2016)), la mécanique (Feingesicht et al. (2017)), (Li et al. (2016b)), etc...

Cependant, les aspects positifs de cette loi de commande ne doivent pas néanmoins masquer certains inconvénients. A cause de la discontinuité de la commande, un régime glissant idéal ne peut pas être généré. En moyenne, les sorties contrôlées peuvent être considérées comme évoluant idéalement sur la surface de glissement. Mais réellement, le mouvement au voisinage de cette surface est caractérisé par des oscillations de hautes fréquences. Ce phénomène est connu sous le nom de broutement ou réticence (*chattering* en anglais). Cet inconvénient peut être très néfaste et peut endommager les actionneurs et détériorer le système étudié. Pour pallier à ce défaut, de nombreuses solutions ont été proposées. Dans les années 80, (Emelyanov et al. (1986)) et (Emel'Yanov et al. (1986)) ont généralisé le concept de la commande par mode glissant classique à ce qui est appelé le mode glissant d'ordre supérieur. Pour cette approche, le terme discontinu n'apparaît pas directement dans l'expression de la commande mais au niveau de ses dérivées supérieures ce qui permet de réduire le *Chattering*. (Slotine et al. (1991)) ont introduit une autre solution connue sous le nom **Solution de couche limite** (*boundary layer solution* en anglais) qui sert à remplacer la fonction signe par une approximation continue uniquement dans un voisinage de la surface de glissement. Parmi les fonctions utilisées, il y a la fonction de *saturation*, la fonction *sigmode*, la fonction *tangh*, etc. Une autre méthode appelée commande par Mode Glissant à action Intégrale (MGI) été proposée par (Utkin and Shi (1996)). Cette méthode a donné des résultats plus performants que le sliding mode classique dans plusieurs applications (GUEZMIL (2017)), (Ma et al. (2016)). Pour cette approche, la surface de glissement est modifiée en ajoutant le terme intégral à l'erreur statique. Une autre approche intéressante appelée commande par mode glissant adaptative a été suggérée dans (Yu and Ozguner (2006)) et elle a été appliquée à la conception d'un système de croisière adaptative pour les véhicules hors route. Une présentation plus détaillée de nombreuses solutions pour réduire ou éliminer ce phénomène de réticence, est présentée dans (Fridman et al. (2011)), (Fossard and Floquet (2002)).

i. Concept de base :

Trois étapes complémentaires sont nécessaires pour synthétiser la commande par mode glissant :

- Un choix judicieux de la surface de commutation (ou de glissement s) qui définit la dynamique souhaitée.
- La détermination des conditions suffisantes pour garantir l'existence d'un régime glissant (l'attractivité de la surface) et les conditions d'invariance de la surface.
- Synthèse de la loi de commande.

ii. Choix de la surface de commutation :

Il s'agit d'une fonction scalaire à choisir afin d'assurer la convergence de la variable d'état x à régler vers une valeur désirée x^* . Dans la littérature, plusieurs formes de cette surface de commutation ont été proposées. Chaque forme donne des meilleures performances pour une application donnée. La formule générale la plus utilisée est définie par (Slotine (1984)), (Slotine et al. (1991)), (Fridman et al. (2011)) :

$$s(x) = \left(\frac{\partial}{\partial t} + \lambda \right)^{r-1} e(x). \quad (1.91)$$

Avec :

$e(x) = x - x^*$: écart entre la variable à régler, x , et sa référence, x^* .

λ : constante positive. En général, il faut qu'elle soit grande pour assurer l'attractivité ainsi que le maintien du système à commander sur la surface de glissement.

r : degré relatif qui définit le nombre minimum de fois qu'il faut dériver la sortie $y(t)$ par rapport au temps afin de faire apparaître l'entrée du système $u(t)$ (Mahmoudi et al. (1999)), (Kerboua (1999)).

(Utkin and Shi (1996)) a proposé une autre variante de la surface de glissement définie par Eq. (1.92), qui contient un terme intégral permettant la réduction de la phase de convergence :

$$s(x) = e(x) + w \int e(x) dt. \quad (1.92)$$

où w est une constante positive.

iii. Conditions d'existence de glissement :

La condition d'*attractivité* et la condition d'*invariance de la surface* sont deux conditions suffisantes afin de garantir l'existence d'un régime glissant. Ces conditions doivent donc permettre aux différentes dynamiques du système depuis tout point de l'espace d'état de converger vers la

surface de glissement (condition d'attractivité). Et une fois cette surface atteinte, il faut trouver une condition pour garantir le glissement de la dynamique du système sur cette surface vers le point d'équilibre souhaité (condition d'invariance de la surface).

- **La condition d'attractivité** (Utkin (1977)), (GUEZMIL (2017)) :

Afin de déterminer la condition d'attractivité, nous considérons la fonction de Lyapounov suivante :

$$V(x) = \frac{1}{2}s^2(x) \quad (1.93)$$

Il s'agit d'une fonction scalaire positive pour les variables d'état du système. La dérivée temporelle de cette fonction donne :

$$\dot{V}(x) = \dot{s}(x)s(x) \quad (1.94)$$

La condition nécessaire et suffisante pour que la variable de glissement $s(x, t)$ tende vers 0 est que $\dot{V}(x)$ soit définie négative :

$$\dot{s}(x)s(x) < 0 \quad (1.95)$$

Si Eq. (1.95) est vérifiée, alors $s(x)$ et $\dot{s}(x)$ sont de signe contraire quel que soit t et zero est alors un centre attracteur pour $s(x)$. Cette condition traduit le fait que les vecteurs vitesses des trajectoires du système doivent toujours pointer vers la surface de glissement.

Dans Eq. (1.93), $s^2(x)$ exprime le carré de la distance entre un point donné du plan de phase et la surface de glissement ($s(x) = 0$). Alors pour que $V(x)$ puisse décroître il suffit de s'assurer que sa dérivée soit négative, et par conséquent, $s^2(x)$ diminue tout le temps, contraignant ainsi la trajectoire du système à se diriger vers la surface de glissement à partir des deux cotés de cette dernière.

La condition Eq. (1.95) ne garantie qu'une convergence asymptotique vers la surface de glissement, c'est pourquoi elle est remplacée souvent par une condition plus restrictive dite de η -attractivité et donnée par (Slotine et al. (1991)) :

$$\dot{s}(x)s(x) \leq -\eta |s|, \eta > 0 \quad (1.96)$$

- **La condition d'invariance de la surface :**

La méthode dite de la commande équivalente qui a été proposée par (Utkin (2013)), est un moyen qui sert à déterminer le comportement du système lorsque la surface de commutation est

atteinte ($s(x) = 0$). Celui-ci est donné par les conditions d'invariance de la surface :

$$\begin{aligned}\dot{s}(x) &= 0 \\ s(x) &= 0\end{aligned}\tag{1.97}$$

iv. Synthèse de la loi de commande :

Afin d'assurer l'attractivité de la surface de glissement et l'invariance de cette surface, la loi de commande est formée de deux parties :

$$u = u_{eq} + u_{dis}.\tag{1.98}$$

Où :

- u_{eq} est appelé *commande équivalente* définie par (Utkin (2013)), et elle est déterminée par la condition d'invariance $\dot{s}(x) = 0$. Elle sert à maintenir la variable à contrôler sur la surface de commutation $s(x) = 0$.
- u_{dis} est une commande discontinue qui assure l'attraction de la surface de glissement en satisfaisant la condition Eq. (1.96). La forme la plus simple que peut prendre cette commande discontinue est celle d'une fonction *sign* (voir figure 1.3), multipliée par une constante α : (Ymene (2013)), (Samir (2015)), (FLOQUET (2000)) :

$$u_{dis} = \alpha \text{sign}(s(x)).\tag{1.99}$$

Pour plus d'informations sur le choix d' α , le lecteur peut voir (Ymene (2013)), (Samir (2015)), (FLOQUET (2000)). Cependant, la fonction *sign* génère sur la surface de glissement le phénomène de *chattering* décrit plus haut. Celui-ci se caractérise par de fortes oscillations autour de la surface de commutation comme il est illustré dans la figure 1.4. Cela peut endommager les actionneurs par des oscillations trop fréquentes et nuire au fonctionnement et aux performances du système.

De nombreuses études ont été effectuées afin de réduire ou éliminer ce phénomène. Une étude

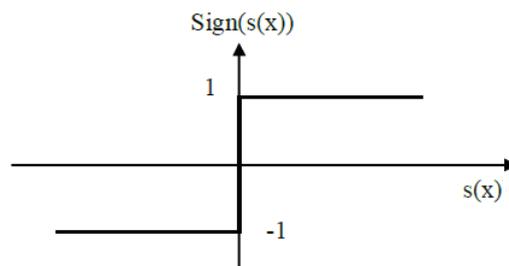


FIGURE 1.3 – La fonction sign.

concerne par exemple la remplacement de la fonction «*sign*» par une fonction de saturation caractérisée par un ou deux seuils permettant l'atténuation des amplitudes des ondulations (figure 1.5) (Slotine and Sastry (1983)), (Samir (2015)). Ces deux fonctions sont définies respectivement par Eq. (1.100) et Eq. (1.101) :

$$sat(s) = \begin{cases} \frac{s}{\epsilon} & si \quad \left| \frac{s}{\epsilon} \right| \leq 1 \\ sign(s) & si \quad \left| \frac{s}{\epsilon} \right| \succ 1 \end{cases} \quad (1.100)$$

$$sat(s) = \begin{cases} 0 & si \quad |s| \prec -\epsilon_1 \\ \frac{s-\epsilon_1}{\epsilon_2-\epsilon_1} & si \quad \epsilon_1 \prec |s| \prec \epsilon_2 \\ sign(s) & si \quad s \succ \epsilon_2 \end{cases} \quad (1.101)$$

1.2.2.2 Structure de la commande sans modèle iPI avec mode glissant

Après avoir défini le principe de la commande par mode glissant, nous allons maintenant donner la structure de la commande sans modèle iPI avec mode glissant ou encore '*intelligent proportional-integral sliding mode controller*' (iPISMIC) (Precup (2017)), (Li et al. (2016a)).

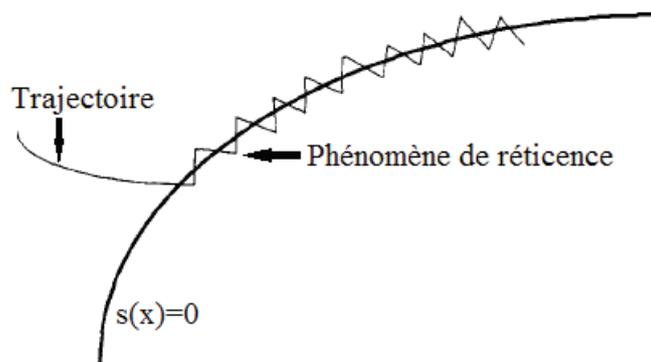


FIGURE 1.4 – Le phénomène de réticence.

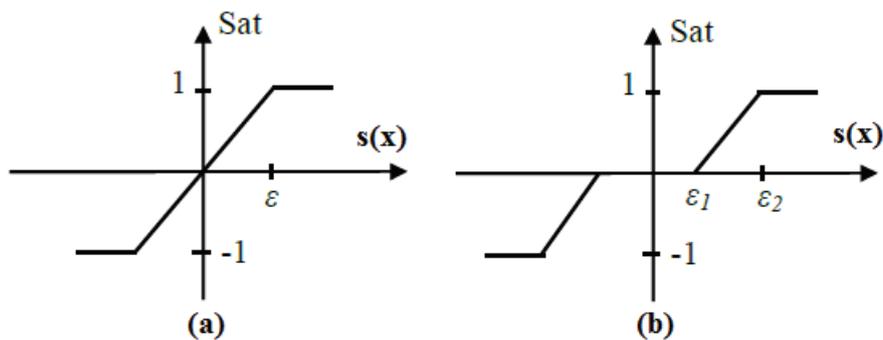


FIGURE 1.5 – La fonction de saturation avec un seuil et deux seuils (zone morte) (Samir (2015)).

Afin de compenser l'effet de l'erreur d'estimation et du bruit de mesure, un signal de commande supplémentaire u_{aug} est ajouté à la loi de commande iPI (Eq. (1.83)) :

$$u(t) = -\frac{[F(t)]_{est} - \dot{y}^*(t) + k_P e(t) + k_I \int e(t)}{\alpha} + u_{aug}(t) \quad (1.102)$$

En remplaçant Eq. (1.102) dans Eq. (1.76), la dynamique de l'erreur de suivi est donnée par :

$$\dot{e}(t) + k_P e(t) + k_I \int e(t) = e_{est}(t) + \alpha u_{aug}(t). \quad (1.103)$$

Soient les variables d'état $x_1(t)$ et $x_2(t)$ qui sont définies comme suit (Li et al. (2016a)), (Wang et al. (2017)) :

$$\begin{cases} x_1(t) = \int_0^k e(\tau) d\tau \\ x_2(t) = e(t) \end{cases} \quad (1.104)$$

Les équations dans l'espace d'états liées à Eq. (1.104) sont données par :

$$\begin{cases} \dot{x}_1(t) = x_2(t) \\ \dot{x}_2(t) = -k_I x_1(t) - k_P x_2(t) + \alpha u_{aug} + e_{est}(t). \end{cases} \quad (1.105)$$

Pour concevoir la loi de commande par mode glissant, la surface de commutation $\sigma(t)$ est définie comme suit (Perruquetti and Barbot (2002)), (Pin (2014)), (Barazane et al. (2008)) :

$$\sigma(t) = x_1(t) + T x_2(t) \quad (1.106)$$

$T > 0$ représente le paramètre de conception qui définit le comportement souhaité en mode glissant du système de commande sur la surface de glissement $\sigma(t)$.

La dérivée de l'Eq. (1.106) est donnée par :

$$\dot{\sigma}(t) = \dot{x}_1(t) + T \dot{x}_2(t) = -k_I T x_1(t) + (1 - k_P T) x_2(t) + \alpha T u_{aug} + T e_{est}(t). \quad (1.107)$$

D'après Eq. (1.98), la commande u_{aug} est constituée des deux parties :

$$u_{aug} = u_{eq} + u_{dis} \quad (1.108)$$

- la commande équivalente u_{eq} déterminée par la condition d'invariance $\sigma(t) = 0$, cela conduit à $\dot{\sigma}(t) = 0$, et
- la commande discontinue u_{dis} pour assurer l'attraction de la surface de glissement et

pour réduire l'impact de réticence.

En mettant $\dot{\sigma}(t) = 0$, nous obtenons l'expression de u_{eq} depuis l'Eq. (1.107) ($u_{aug} = u_{eq}$) :

$$u_{eq} = \frac{k_I T x_1(t) - (1 - k_P T)x_2(t) - T e_{est}(t)}{\alpha T} \quad (1.109)$$

Vu qu'on ne connaît pas e_{est} , nous allons supposer que sa valeur absolue est bornée :

$$|e_{est}| \leq E \quad (1.110)$$

L'Eq. (1.109) devient :

$$u_{eq} = \frac{k_i T x_1(t) - (1 - k_p T)x_2(t) - T E}{\alpha T} \quad (1.111)$$

Afin d'éliminer les effets de chattering, u_{dis} est choisi comme suit (Li et al. (2016a)) :

$$\begin{aligned} u_{dis} &= -\frac{\eta}{\alpha T} \text{sat}(\sigma(t), \epsilon) \\ &= -\frac{\eta}{\alpha T} \begin{cases} -1 & \text{si } \sigma(t) < \epsilon \\ \frac{\sigma(t)}{\epsilon} & \text{si } |\sigma(t)| \leq \epsilon \\ 1 & \text{si } \sigma(t) > \epsilon \end{cases} \end{aligned}$$

Avec $\eta > 0$ est un facteur de convergence et $\epsilon > 0$ indique l'épaisseur de la couche limite. En remplaçant u_{eq} et u_{dis} par leurs expressions (Eq. (1.109) et Eq. (1.112) respectivement) dans l'Eq. (1.108), nous obtenons l'expression suivante de u_{aug} :

$$u_{aug} = \frac{k_i T x_1(t) - (1 - k_p T)x_2(t) - T E}{\alpha T} - \frac{\eta}{\alpha T} \text{sat}(\sigma(t), \epsilon) \quad (1.113)$$

L'analyse de stabilité

La fonction de Lyapunov est appliquée afin d'assurer la stabilité de la dynamique de l'erreur de suivi associée à l'Eq. (1.103) :

$$V(t) = \frac{1}{2} \sigma^2(t) \quad (1.114)$$

La condition de stabilité globale asymptotique de la théorie de Lyapunov, $\dot{V}(t) < 0$, traduit la condition de réalisation et d'existence du mode glissant (Eq. (1.95)) :

$$\sigma(t) \dot{\sigma}(t) < 0 \quad (1.115)$$

En remplaçant u_{aug} par son expression Eq. (1.113), dans l'équation de $\dot{\sigma}(t)$ (Eq. (1.107)), nous obtenons l'expression suivante de $\dot{V}(t)$:

$$\dot{V}(t) = -\sigma(t)\eta sat(\sigma(t), \epsilon) + \sigma(t)T[e_{est} - E] \quad (1.116)$$

Il y a deux cas qui dépendent de la valeur de $\sigma(t)$ afin d'assurer la réalisation de la condition Eq. (1.115).

- **Premier cas :** $\sigma(t)$ est dans la couche limite, c'est-à-dire, $|\sigma(t)| \leq \epsilon$:

En remplaçant $sat(\sigma(t), \epsilon)$ par sa valeur (Eq. (1.112)) dans l'Eq. (1.116), nous obtenons l'expression suivante :

$$\dot{V}(t) = -\frac{\sigma(t)^2\eta}{\epsilon} + \sigma(t)T[e_{est} - E] \quad (1.117)$$

Afin de garantir que le côté droit de l'Eq. (1.117) est négatif, la condition suivante doit être remplie :

$$\frac{\sigma(t)^2\eta}{\epsilon} > |\sigma(t)|T|e_{est} - E| \quad (1.118)$$

Étant donné que

$$|e_{est} - E| \leq 2E \quad (1.119)$$

Une condition suffisante pour satisfaire l'Eq. (1.115) est la suivante :

$$\frac{|\sigma(t)|\eta}{\epsilon} > 2TE \quad (1.120)$$

- **Deuxième cas :** $\sigma(t)$ est à l'extérieur de la couche limite, c'est-à-dire $|\sigma(t)| \geq \epsilon$:

Dans ce cas, nous remplaçons $sat(\sigma(t), \epsilon)$ par sa valeur (Eq. (1.112)) dans l'Eq. (1.116), nous obtenons l'expression suivante :

$$\dot{V}(t) = -\sigma(t)^2\eta + \sigma(t)T[e_{est} - E] \quad (1.121)$$

Afin de garantir que le côté droit de l'Eq. (1.121) est négatif, la condition suivante doit être remplie :

$$\sigma(t)^2\eta > |\sigma(t)|T[e_{est} - E] \quad (1.122)$$

En utilisant l'Eq. (1.119), une condition suffisante pour satisfaire l'Eq. (1.115) est :

$$|\sigma(t)|\eta > 2TE \quad (1.123)$$

En conclusion, les deux cas Eq. (1.120) et Eq. (1.123) conduisent à la seule condition suffisante ci-dessous qui garantit $\dot{V}(t) < 0$:

$$|\sigma(t)| \eta \min(1, 1/\epsilon) > 2TE \quad (1.124)$$

et comme mentionné ci-dessus $\eta > 0, \epsilon > 0$.

En réécrivant u_{aug} avec les termes de l'Eq. (1.104), nous obtenons donc l'expression finale de la structure de l'iPISMIC (voir (figure 1.6)) :

$$u(t) = \frac{1}{\alpha} \left(-[F(t)]_{est} + \dot{y}^* - \frac{e(t)}{T} - E - \frac{\eta}{\alpha T} \text{sat}(\sigma(t), \epsilon) \right) \quad (1.125)$$

En comparant les deux structures de iP (Eq. (1.85)) et iPISMIC (Eq. (3.21)), nous pouvons dire que la première approche est plus simple que la seconde, vu qu'elle nécessite le choix d'un seul paramètre (k_P) alors que pour la seconde, il y a plusieurs paramètres à choisir.

La comparaison des différentes approches est réalisée dans ce travail uniquement par simulation. En effet, nous introduisant dans le chapitre suivant (chapitre 2) le procédé de cristallisation de l'acide adipique en batch et par ensemencement dans le but de lui appliquer ces techniques de commande (iP, iPI et iPISMIC) et de comparer leurs performances (section 2.5.2.2).

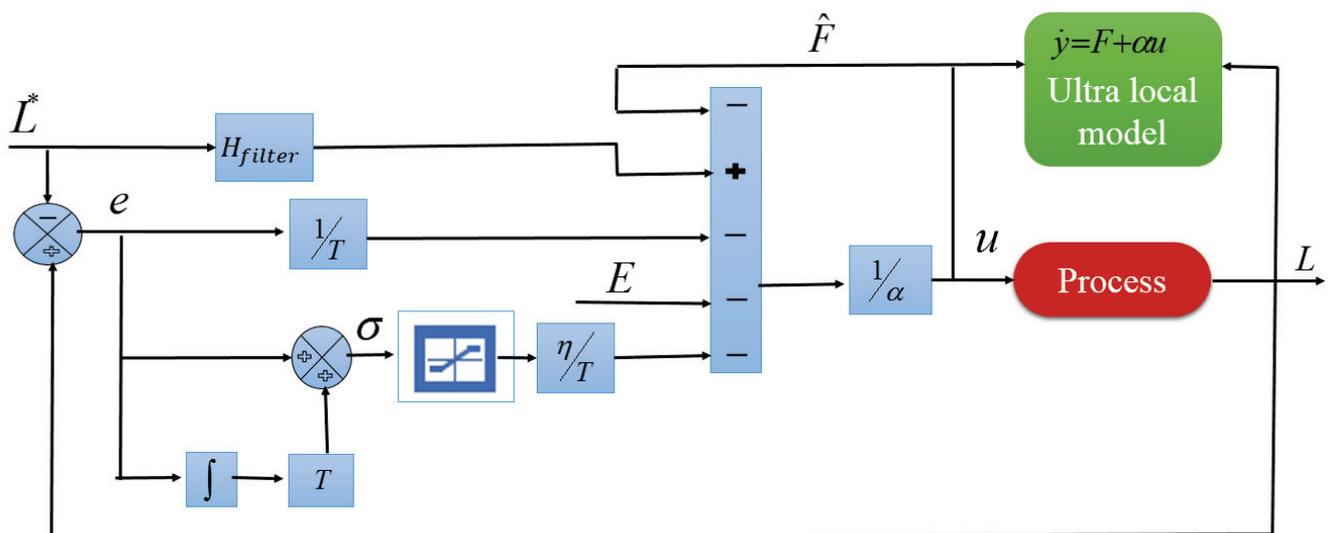


FIGURE 1.6 – Schéma bloc de la commande iPISMIC.

1.3 Commande prédictive

La commande prédictive (Model Predictive Control (MPC) en anglais) a connu une évolution très tôt surtout dans le secteur de l'industrie chimique et pétrolière. Cela est dû notamment au fait qu'il s'agit d'une technique fournissant une méthodologie susceptible de prendre en compte d'une façon systématique les contraintes lors de la conception et de l'implantation de la loi de commande, aussi les cas multi variables peuvent être facilement traités. Elle peut être utilisée pour une grande variété des systèmes, peu importe la complexité de la dynamique (long retard, système instable, ...).

Historiquement, c'était à la fin des années 70 que cette approche a commencé à donner ses premiers résultats théoriques et pratiques. (Richalet et al. (1978)) et (Cutler and Ramaker (1980)) étaient les premiers qui ont suggéré la MPC linéaire dans l'industrie. Vu que les systèmes sont généralement fortement non linéaires, l'utilisation d'un modèle linéaire est très souvent insuffisante pour décrire correctement la dynamique du système et il faut donc utiliser un modèle non linéaire. Plusieurs études ont été proposées dans la littérature sur la commande prédictive non linéaire (Chen and Shaw (1982)), (Hovorka et al. (2004)), (Allgöwer and Zheng (2012)), (Metzler et al. (2019)). La commande MPC a fait ses preuves dans de multiples applications dans des domaines différents : cristallisation (Radhakrishnan et al. (2017)), polymérisation (Alamir et al. (2007)), systèmes biochimiques (Ashoori et al. (2009)), colonnes de distillation (Harinath et al. (2011)), secteur pétrochimique (Garcia et al. (1989)), robotique (Bianchi et al. (2018)), aérospatial (Benattia (2016)), automobile (Schrangl et al. (2019)) etc.

1.3.1 Principe de la commande prédictive

Le principe de la MPC consiste à prédire la sortie future du système sur un horizon de prédiction de taille N_p à l'aide d'un modèle du procédé, puis il faut calculer sur un horizon de commande N_c la suite de commandes à appliquer au système de façon à minimiser un critère quadratique J (fonction coût). Seul le premier élément sera appliqué au système. La même procédure est reprise à la période d'échantillonnage suivante N_s (Zaragoza et al. (2000)).

D'après la figure 1.7, l'objectif est de maintenir la sortie du procédé réel y_p à sa valeur de consigne y_d , alors le problème alors se résume à la minimisation du critère suivant :

$$\begin{aligned} \min_{u(k+1)\dots u(k+N_c)} J_k &= \sum_{i=k+1}^{k+N_p} [(y_d(i) - y_p(i))^T Q (y_d(i) - y_p(i))] \\ &= \sum_{i=k+1}^{k+N_p} \|y_d(i) - y_p(i)\|_Q^2 \end{aligned} \quad (1.126)$$

Où Q est une matrice définie positive.

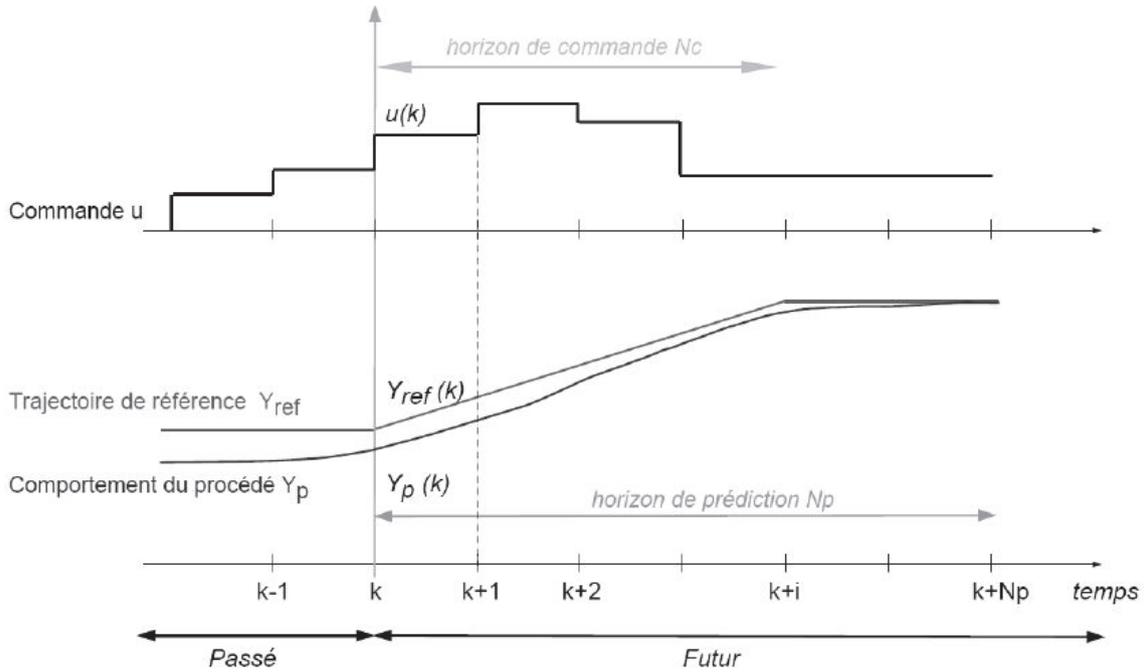


FIGURE 1.7 – Principe de la commande prédictive (Bombard et al. (2008)).

1.3.2 La structure de la MPC à modèle interne

D'après le schéma bloc de la figure 1.8, nous pouvons écrire :

$$y_d - y_p = y_r - y_m \quad (1.127)$$

Finalement, le critère de performance J_k , s'écrit (Alamir (2013)), (Benlahrache et al. (2017)), (Zaragoza et al. (2000)) :

$$\min_{u(k+1) \dots u(k+N_c)} J_k = \sum_{i=k+1}^{k+N_p} \|y_r(i) - y_m(i)\|_Q^2 \quad (1.128)$$

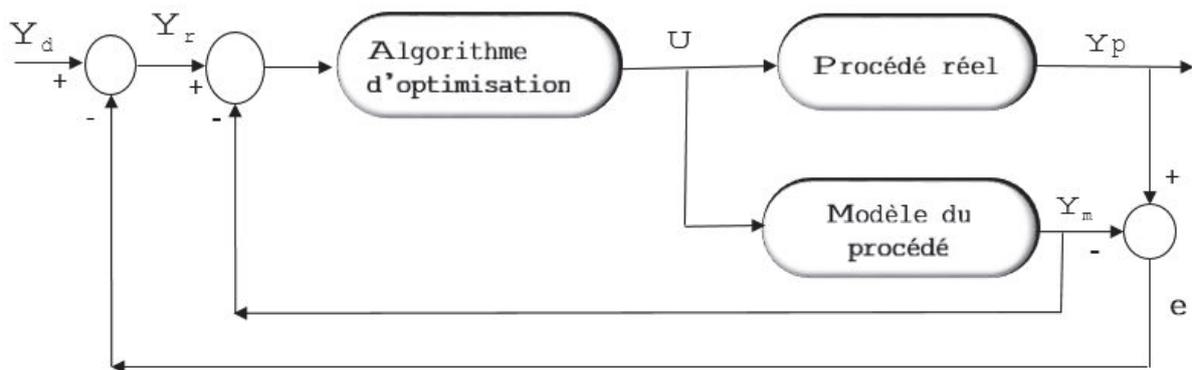


FIGURE 1.8 – Schéma de la structure de la MPC à modèle interne.

Alors le fait de chercher à amener la sortie du procédé réel y_p à sa valeur de consigne y_d revient à maintenir la sortie y_m du modèle du procédé réel à sa valeur de consigne y_r .

La formulation du problème optimal J_k précédent, ne prend pas en compte des possibles contraintes qu'on peut avoir sur les valeurs du signal de commande $u(t)$. Ces contraintes peuvent avoir des diverses origines physiques, par exemple :

- Positivité du signal de commande, comme c'est le cas dans plusieurs procédés chimiques ou biologiques.
- Restriction du signal dans un seuil opérationnel, par exemple, plusieurs instruments de commande électroniques ont un intervalle d'opération limité de 0 à 10 volts.
- La variation du signal de commande ne peut pas être arbitrairement large. Ceci est imposé pour les limitations physiques des éléments finaux de contrôle comme c'est le cas des valves pneumatiques ou à diaphragme ou la vitesse de la vanne est limitée.

Dans le cas de contraintes sur les entrées, la séquence future des variables manipulées est déterminée à chaque temps d'échantillonnage N_S en résolvant le problème suivant d'optimisation sous contrainte :

$$\min_{u(k+1)\dots u(k+N_c)} J_k = \sum_{i=k+1}^{k+N_p} \|y_r(i) - y_m(i)\|_Q^2 + \sum_{i=k+1}^{k+N_c} \|u(i-1) - u(i-2)\|_R^2 \quad (1.129)$$

soumises aux contraintes $U_{lb} \leq U \leq U_{ub}$.

où R est une matrice semi-définie positive, U_{ub} et U_{lb} sont respectivement les limites supérieure et inférieure du signal d'entrée.

Le second terme de cette fonction de coût vise à limiter les actions excessives de la commande. L'optimiseur représente l'élément de base de la commande prédictive. Dans le cas d'un critère quadratique et si le modèle est linéaire et ne présente aucune contrainte, une solution analytique peut être obtenue (Zaragoza et al. (2000)), (Benlahrache et al. (2017)). Dans le cas contraire, il faut résoudre un problème d'optimisation non-linéaire (Grimble and Johnson (2013)), (Metzler et al. (2018)), (Kayacan et al. (2018)). Le fait d'utiliser un modèle non linéaire pour prédire le comportement futur du système, rend le problème quadratique convexe, un problème non convexe et donc plus difficile à résoudre.

Afin de réduire le temps du calcul et simplifier la résolution du problème d'optimisation, le signal de commande peut être considéré constant tout au long de l'horizon de prédiction (Grimble

and Johnson (2013)), c.-à-d. l'horizon de contrôle N_c sera égale à 1 et donc le calcul se réduit à une seule valeur de u à déterminer .

Dans ce travail, la commande prédictive a été utilisée pour contrôler un procédé de polymérisation par ouverture de cycle du lactide.

1.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté la littérature de l'évolution des observateurs. Nous avons donné également les différents types d'observateur correspondant à chaque classe de systèmes considérés. La deuxième partie de ce chapitre a été dédiée à la commande sans modèle. Nous avons donné le principe de cette loi de commande et les différentes expressions de ses correcteurs intelligents. Nous avons fini ce chapitre par le principe de la commande prédictive.

Chapitre 2

Modélisation d'un procédé de cristallisation en batch et méthodes d'exploitation du modèle

Sommaire

2.1	Les procédés de cristallisation	41
2.1.1	Notions et Types de cristallisation	41
2.1.2	Les mécanismes de cristallisation	44
2.1.3	Les modèles des procédés de cristallisation	48
2.2	Méthodes de résolution numérique des Equations aux Dérivées Partielles	56
2.2.1	Méthode des moments	56
2.2.2	Différences Finies (MDF)	59
2.3	Conclusion	62

Introduction

Nombreuse sont les théories existantes qui décrivent les phénomènes intervenant pendant le processus de cristallisation (Aamir et al. (2009), (Bakir (2006), (Sangwal (2001), (Uccheddu (2011), (Zhang (2011)). Celles-ci ont conduit à la création de modèles différents. Le choix d'un modèle complet et suffisamment riche qui représente fidèlement le procédé est primordial pour pouvoir contrôler les propriétés des cristaux obtenus. Il faut alors étudier les phénomènes intervenants dans ce processus pour pouvoir les représenter sous la forme d'équation. En se basant sur les équations de la thermodynamique, nous allons présenter dans un premier lieu, les différents phénomènes se déroulant dans le cristalliseur sous forme d'équations dynamiques. Néanmoins, le modèle obtenu est basé sur des équations algébriques (solubilité, cinétiques de nucléations et de croissance), équations aux dérivées ordinaires (bilan de matière et bilan d'énergies) et d'une équation aux dérivées partielles (bilan de population). Pour exploiter ce modèle, nous devons utiliser des méthodes d'analyse numérique que nous présenterons dans un deuxième temps.

2.1 Les procédés de cristallisation

2.1.1 Notions et Types de cristallisation

2.1.1.1 Solubilité

La solubilité représente la quantité maximale d'une substance, appelée **soluté**, que l'on peut dissoudre dans une autre substance, appelée **solvant**. Une fois cette quantité atteinte, nous disons que notre solution est **saturée**. Cette limitation dépend de la température, de la pression et des impuretés dans le cristalliseur (Bakir et al. (2006)), (Myasnikov et al. (2013)).

Dans un milieu isobare (à pression constante), la concentration de saturation notée $C_{sat}(t)$ est exprimée en fonction de la température du cristalliseur par :

$$C_{sat}(t) = a_{sat} \exp\left(\frac{-\Delta H_f}{RT_{cr}(t)}\right) \quad (2.1)$$

Avec :

- R : Constante de Boltzmann [sans dimension]
- $T_{cr}(t)$: Température du cristalliseur [K]

- a_{sat} : Constante de saturation [$mol.m^{-3}$]
- ΔH_f : Enthalpie de fusion [$J.mol^{-1}$]

2.1.1.2 Sursaturation

Une solution qui contient un surplus de soluté qu'elle ne peut en dissoudre normalement est dite **sursaturée**. Ainsi, le système n'est pas dans un état d'équilibre thermodynamique, il va donc évoluer pour tendre vers l'équilibre. Pour ce faire, il va cristalliser une partie du soluté pour ramener la concentration du produit sous forme liquide à la valeur de la solubilité pour une température donnée. L'écart entre la concentration du soluté $C(t)$ et la concentration de saturation $C_{sat}(t)$, est appelé **sursaturation**. Cette différence représente la force motrice permettant de former de petits cristaux et de les faire croître. Elle peut être définie de plusieurs manières (Zhang (2011)), (Aamir et al. (2009)) :

- La sursaturation absolue : $\Delta C(t) = C(t) - C_{sat}(t)$
- La sursaturation relative : $\sigma = \frac{C(t) - C_{sat}(t)}{C_{sat}(t)}$
- Le rapport de sursaturation : $\beta = \frac{C(t)}{C_{sat}(t)} = \sigma + 1$

2.1.1.3 Courbe de solubilité et métastabilité

Les notions présentées précédemment sont illustrées sur la figure 2.1.1.3 (Uccheddu (2011)), nous distinguons trois régions :

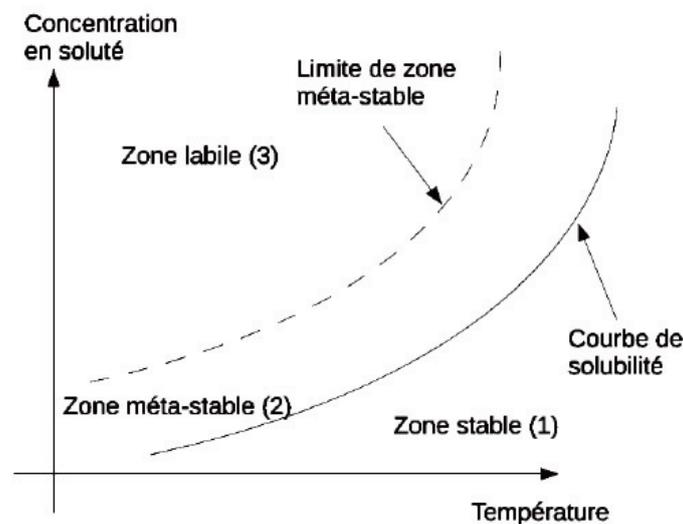


FIGURE 2.1 – Courbe de solubilité

- Zone 1 : c'est la zone **stable** où la solution est **sous saturée** (la concentration en soluté est inférieure à la solubilité du produit). Tous les cristaux sont dissous dans le solvant et il n'y a plus de phase solide dans le cristalliseur.
- Zone 2 : c'est la zone **métastable** où la solution est sursaturée. Les cristaux formés ou ajoutés vont croître, des phénomènes de nucléation primaire ou de nucléation secondaire peuvent avoir lieu entraînant la création de nouveaux cristaux lentement. Ces deux types de nucléation seront détaillés par la suite. La création de germes (plus petits cristaux) par la nucléation donne lieu à la cinétique de croissance qui décrit l'évolution de la taille des différents cristaux. Alors, en se plaçant dans cette zone, nous pouvons favoriser la croissance d'une distribution donnée en limitant l'apparition de nouveaux cristaux.
- Zone 3 : c'est la zone **labile** où la solution génère des cristaux de manière spontanée qui vont grossir pour ramener « rapidement » la concentration en soluté à la solubilité, et ainsi rétablir l'équilibre thermodynamique. En se plaçant dans cette zone, nous pouvons maximiser le nombre de germes générés car la nucléation prédomine par rapport à la croissance. Cela va permettre de limiter en partie la taille maximale des cristaux, en limitant leur taux d'accroissement. Cette zone est délimitée par la courbe de limite de saturation qui dépend de la température, des conditions hydrodynamiques et surtout des impuretés, ce qui constitue un problème pour la modélisation de ce procédé, et donc va entraîner des incertitudes pour le modèle.

2.1.1.4 Les méthodes de génération de la sursaturation

Pour avoir un produit cristallisé à partir d'une solution, il faut modifier l'état du système pour engendrer un déséquilibre thermodynamique en provoquant l'apparition d'une **sursaturation**. De ce fait, le système cherche à retourner à un nouvel état d'équilibre thermodynamique, il va provoquer une cristallisation du liquide pour diminuer la concentration en soluté du produit jusqu'à la solubilité. C'est l'apparition de cristaux ainsi que leurs croissances qui consomment la sursaturation.

De nombreuses méthodes existent pour provoquer l'apparition de la sursaturation ([Veesler et al. \(2005\)](#)), ([El Bazi \(2011\)](#)), ([KLEIN et al. \(1994\)](#)).

a- Cristallisation par refroidissement :

D'après Eq. (2.1), la solubilité est une fonction croissante de la température du cristalliseur avec une tendance proche de l'exponentielle. Le refroidissement va provoquer la diminution de la solubilité afin d'être inférieur à la concentration du soluté et créer ainsi la sursaturation. Cette

méthode est utilisée lorsque la variation de solubilité avec la température est importante. Pour des raisons économiques, les industriels recherchent généralement un solvant de cristallisation ayant cette propriété, ce qui explique que la technique de refroidissement est très couramment utilisée.

b- Cristallisation par évaporation :

La cristallisation se fait par évaporation d'une partie du solvant jusqu'à ce que la quantité de matière dissoute dans la solution résiduelle conduise au dépassement de la saturation (KLEIN et al. (1994)). Cette méthode est utilisée lorsque la solubilité **varie peu avec la température** (chlorure de sodium, sulfate de sodium anhydre, sucre etc).

c- Cristallisation par ajout d'anti-solvant :

L'ajout d'anti-solvant va baisser la solubilité et générer une sursaturation élevée. Les anti solvants sont miscibles avec le solvant alors que le soluté est insoluble ou moins soluble dans l'anti-solvant (El Bazi (2011)).

2.1.2 Les mécanismes de cristallisation

2.1.2.1 Nucléation

La **nucléation** ou **germination** est le phénomène d'apparition de **premiers germes** cristallins, aussi appelé **nucléi**. Elle est causée par différents mécanismes qui interviennent chacun dans des conditions bien particulières. (Puel et al. (2005)), (Uccheddu (2011)), (Zhang (2011)), (Sangwal (2001)) présente une classification approximative des différents mécanismes de nucléation (figure 2.2).

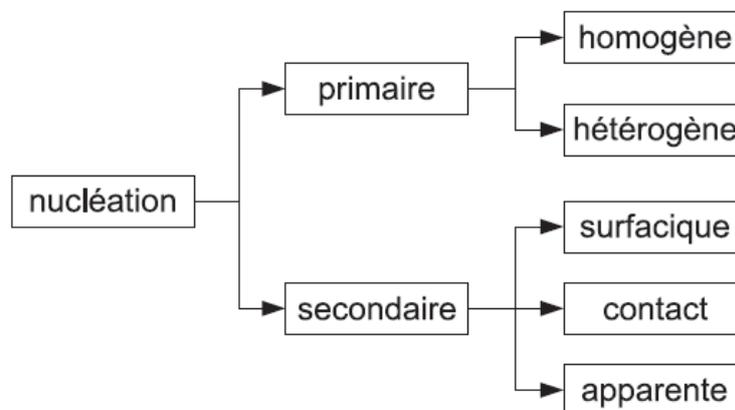


FIGURE 2.2 – Classification des nucléations (Zhang (2011))

2.1.2.2 Nucléation primaire hétérogène

La nucléation primaire hétérogène peut avoir lieu à partir d'une solution dépourvue de cristaux et à saturation relativement élevée. Les germes sont formés à la surface d'un solide différent du cristal qui peut être les parois du cristalliseur, le mobile d'agitation, des impuretés solides ou toutes autres surfaces.

2.1.2.3 Nucléation primaire homogène

Comme pour la nucléation hétérogène, l'existence de cristaux n'est pas nécessaire pour que ce phénomène ait lieu. Ce sont les molécules du produit qui vont se regrouper à cause de l'agitation de la solution pour former des *macromolécules* provoquant l'apparition des germes. Pour en savoir plus ([Sangwal \(2001\)](#)).

2.1.2.4 Nucléation secondaire de contact

La nucléation secondaire de contact ou l'attrition, se déroule en présence de cristaux déjà formés dans la solution sursaturée. En raison de l'agitation du milieu, des cristaux vont se *percuter* entraînant l'apparition de brisures qui forment un équivalent de germe ([El Bazi \(2011\)](#)). Nous distinguons deux catégories d'attrition ([Mazzarotta \(1992\)](#)) (figure 2.3) :

- La brisure : un cristal initial se fragmente en cristaux de taille équivalente. Un tel phénomène se produit quand l'énergie appliquée au cristal est plus importante que celle nécessaire pour le briser.
- L'abrasion : le cristal initial est abrasé, cela donne un cristal légèrement plus petit ainsi que des cristaux de taille plus petite.

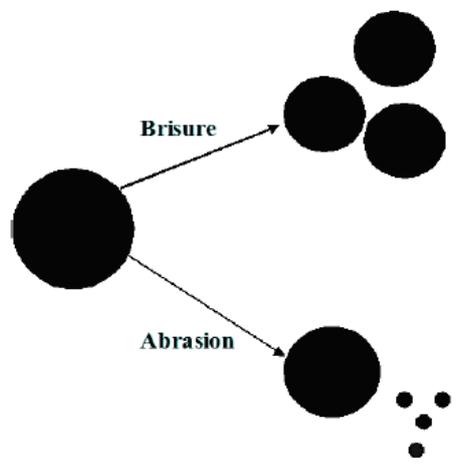


FIGURE 2.3 – Nucléation secondaire de contact ([Mazzarotta \(1992\)](#))

2.1.2.5 Nucléation secondaire de surface

La nucléation secondaire de surface intervient également dans un milieu où il y a des cristaux de produit. Cependant, les nouveaux germes ne proviennent pas des brisures, mais des imperfections de croissance des cristaux existants. Sur la surface lisse une imperfection peut apparaître et entraîne la croissance du cristal selon une nouvelle direction, cette excroissance va finir par se détacher du cristal mère et former un nouveau cristal (Puel et al. (2005)), (Zhu (2004)).

2.1.2.6 Nucléation secondaire apparente

La nucléation secondaire **apparente** concerne les cristallisations ensemencées¹. Les nucléis apparents sont les débris cristallins collés à la surface des cristaux de semences et sont libérés quand la semence est mise en suspension. Ceci peut être évité en traitant la semence avant qu'elle ne soit introduite dans le réacteur (Puel et al. (2005)), (Loi Mi Lung-Somarriba (2003)).

2.1.2.7 Croissance et dissolution

2.1.2.8 Croissance

La croissance est le grossissement d'un cristal, elle représente le transport des molécules du soluté de la solution vers les cristaux. Ce phénomène ne peut avoir lieu que dans la solution sursaturée ayant des cristaux ou des germes. Les germes vont croître par l'adsorption d'une partie de la sursaturation afin de maintenir un équilibre thermodynamique entre les deux phases, liquide et solide. De nombreuses théories expliquent comment se déroule l'intégration d'une molécule de produit dans le cristal (Puel et al. (2005)), (KLEIN et al. (1994)), (Masuda et al. (2006)).

Dans le contexte de la cristallisation, la définition suivante montre bien que nous sommes en présence d'un phénomène d'adsorption et non pas d'absorption.

Définition : *Adsorption et absorption sont deux choses différentes : dans le premier cas, la molécule s'intègre sur une surface tout en conservant sa structure moléculaire, tandis que dans le second cas, il y a des réactions chimiques qui se déroulent entraînant la destruction de la molécule.*

1. Ensemencement : c'est l'introduction de germes dans une solution sursaturée pour déclencher le phénomène de cristallisation (par grossissement des germes) sans attendre la nucléation spontanée, qui n'a lieu qu'à partir d'un certain taux de sursaturation.

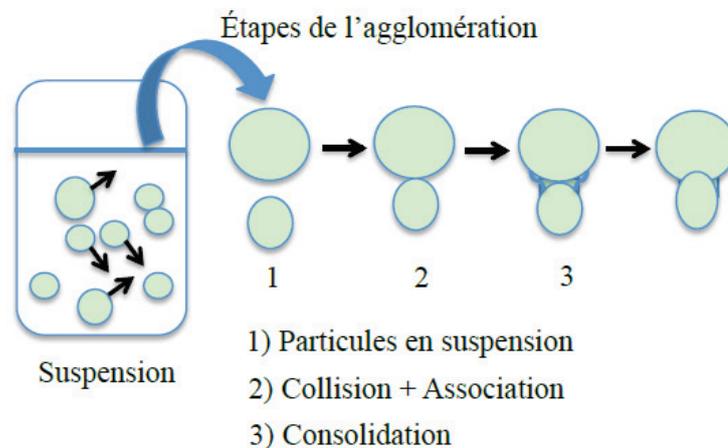


FIGURE 2.4 – Agglomération (de Azevedo (2014))

2.1.2.9 Dissolution

Dans le cas d'une solution sous saturée, les tailles des cristaux déjà existants diminuent sous l'effet du phénomène de dissolution $D(t)$ (Bakir (2006)). Le phénomène de dissolution est alors considéré comme l'inverse de la croissance.

2.1.2.10 Agglomération

Contrairement aux phénomènes de nucléation et de croissance, l'agglomération ne fait pas partie de tous les processus de cristallisation. Elle dépend du système et des conditions de la cristallisation. Trois étapes successives sont nécessaires pour la formation d'un agglomérat : collision, association ou fixation (agrégation) et consolidation entre particules (figure 2.4) (Puel et al. (2005)), (de Azevedo (2014)).

2.1.2.11 Type de cristallisation

En considérant les réacteurs de type parfaitement agité, deux grandes classes de réacteurs peuvent être mises en avant : les réacteurs continus et les réacteurs discontinus. Chaque classe est modélisée à partir des mêmes équations mais en utilisant des simplifications différentes.

Pour un réacteur parfaitement agité, les hypothèses faites concernant le cristallisateur sont les suivantes (Uccheddu (2011)) :

- Mélange homogène au niveau moléculaire (local et global)
- Température homogène

Réacteur continu

Dans le cas d'un réacteur continu, le flux de matière en entrée et le flux de matière en sortie sont égaux et non nuls. De plus la température en sortie du réacteur est égale à la température interne du réacteur. Il en va de même pour la concentration en produit. Ce type de réacteur est dit stationnaire quand il est en régime permanent et en dehors des phases de démarrage et d'arrêt.

Réacteur discontinu

Pour un réacteur discontinu ou "batch", tous les réactifs sont introduits dans le réacteur au démarrage. Le produit est ensuite récupéré à la fin de la cristallisation. Les flux de matière entrant et sortant sont donc nuls. Les concentrations en produit dans le réacteur évoluent au cours du temps et ne sont donc pas constantes. La température de la solution dépend du mode de refroidissement du réacteur.

2.1.3 Les modèles des procédés de cristallisation

Plusieurs phénomènes interviennent lors de la cristallisation. Nous nous limiterons uniquement à la nucléation et à la croissance, en considérant que les effets de certains phénomènes physiques qui peuvent se produire comme l'agglomération et l'attrition sont négligeables. Car, il est difficile à modéliser ce genre de phénomènes, et ils sont sujets à de nombreuses incertitudes. Dans ce travail, nous faisons l'étude du procédé de cristallisation en batch par refroidissement. Il est fréquemment utilisé dans les industries pour de faibles volumes de production ou encore pour la purification, il est également largement employé en laboratoire pour étudier les caractéristiques des cristaux. Nous discuterons dans cette section la partie modélisation afin de disposer d'un modèle dynamique pour aborder le problème de contrôle.

2.1.3.1 Bilan de population

Grâce au bilan de population, il est possible de décrire l'évolution d'une population d'individus au cours du temps et dans l'espace. Au début, le recours à cette technique a commencé par (Randolph and Larson (1962)). Cela permet la description de l'évolution des cristaux présentant les mêmes propriétés au cours du temps et dans l'espace. Pour le cas d'une cristallisation en batch, l'Equation du Bilan de Population (EBP) est décrite par l'Equation aux Dérivées Partielles (EDP) suivante :

$$\frac{\partial n(x, t)}{\partial t} + \frac{\partial(G(x, t)n(x, t))}{\partial x} = 0 \quad (2.2)$$

Avec :

- $n(x, t)$: la distribution des tailles de cristaux (DTC). Elle définit le nombre de cristaux qui ont une taille x à l'instant t , avec $x \in [x_{min}, x_{max}]$, où x_{min} correspond à la taille du cristal stable de taille la plus petite qui ne se dissout pas et ne peut que croître, et x_{max} correspond à la taille maximale du cristal dans la solution.
- $G(x, t)$: le taux de croissance d'un cristal de taille x à l'instant t . Cette cinétique se calcule en général pour chacune des tailles de cristaux. Pour les tailles les plus petites, elle est plus forte mais elle diminue à chaque fois que le cristal grossit. Avec l'hypothèse de **McCabe**, cette cinétique est indépendante de la taille du cristal. Cette hypothèse alors transforme l'expression Eq. (2.2) en expression Eq. (2.3)

$$\frac{\partial n(x, t)}{\partial t} + G(t) \frac{\partial n(x, t)}{\partial x} = 0 \quad (2.3)$$

Les expressions de $G(t)$ et $G(x, t)$ seront données plus loin.

Conditions initiales et conditions aux frontières du bilan de population

Pour pouvoir résoudre une EDP, il faut d'abord préciser les conditions initiales ainsi que les conditions aux frontières. Pour l'équation Eq. (2.2), la condition initiale est donnée par :

$$n(x, t = 0) = n_0(x) \quad (2.4)$$

Pour les conditions aux frontières, il faut revenir à la définition mathématique de la fonction de la distribution de la taille des cristaux $n(x, t)$:

$$\lim_{\Delta x \rightarrow 0} \frac{\Delta N}{\Delta x} = \frac{dN}{dx} = n(x, t) \quad (2.5)$$

où ΔN est le nombre de cristaux ayant une taille comprise entre x et $x + \Delta x$. Le nombre de cristaux appartenant à un intervalle de taille $[x_1, x_2]$ est donc donné par Eq. (2.6) :

$$\Delta N = \int_{x_1}^{x_2} n(x, t) dx \quad (2.6)$$

La germination $R_n(t)$ est le taux d'apparition de germes de taille x_{min} générés à chaque instant, elle est liée à la condition frontière en $x = x_{min}$ pour la plus petite taille de la distribution. Par conséquent, nous avons :

$$\begin{aligned}
 n(x_{min}, t) &= \lim_{\Delta x \rightarrow 0} \frac{\Delta N}{\Delta x} \Big|_{x_{min}} \\
 &= \frac{dN}{dx} \Big|_{x_{min}} \\
 &= \frac{dN}{dt} \Big|_{x_{min}} \frac{dt}{dx} \Big|_{x_{min}} \\
 &= R_n(t) \frac{1}{G(x_{min}, t)}
 \end{aligned}$$

La première condition aux frontières pour les petites tailles est donnée alors par :

$$n(x_{min}, t) = R_n(t) \frac{1}{G(x_{min}, t)} \quad (2.7)$$

Avec l'hypothèse de McCabe, cette condition devient :

$$n(x_{min}, t) = R_n(t) \frac{1}{G(t)} \quad (2.8)$$

La deuxième condition aux frontières correspond au cas $x = x_{max}$. Ici, la taille maximale de cristaux x_{max} doit être suffisamment grand pour qu'aucun cristal n'atteigne cette taille, ce qui se traduit mathématiquement par Eq. (2.6) :

$$n(x_{max}, t) = 0 \quad (2.9)$$

2.1.3.2 Bilan de matière

Le bilan de matière permet d'écrire le passage du produit de l'état liquide à celui de solide :

$$\frac{d(V_t(t)C(t))}{dt} + \frac{d(V_T(t)C_s(t))}{dt} = 0 \quad (2.10)$$

Avec :

- $C(t)$: La concentration du soluté [$mol.m^{-3}$].
- $C_s(t)$: La concentration de la phase solide [$mol.m^{-3}$].
- V_T : Volume total où volume de la suspension [m^3], sa variation due au transfert de masse est négligeable par hypothèse.
- V_t : Volume de la solution ou de la phase liquide [m^3], qui représente la différence entre le volume total de la solution et le volume occupé par la phase solide (cristaux) :

$$V_t(t) = V_T(t) \left(1 - \frac{M_s}{\rho_s} C_s(t)\right) \quad (2.11)$$

avec :

- M_s : La masse molaire du solide [$kg.mol^{-1}$]
- ρ_s : La masse volumique du solide [$kg.m^{-3}$]

Le calcul de la concentration de la phase solide s'obtient en intégrant la distribution de taille de cristaux :

$$C_s(t) = \frac{K_v \rho_s}{M_s} \int_{X_{min}}^{X_{max}} x^3 n(x, t) dx \quad (2.12)$$

Dans cette expression, le cristal est supposé de forme sphérique. Le coefficient de forme K_v est ajouté afin de tenir compte de fait que la forme des cristaux n'est pas vraiment sphérique. En faisant la somme, sur toutes les tailles, et en multipliant le nombre de cristaux par leur rayon au cube, nous obtenons le volume total de ces sphères. Ajoutant le coefficient de forme, nous avons donc le volume total des cristaux. En faisant varier d'unité afin de la rendre conforme avec notre notation (concentrations exprimées en masse de produit par masse de solvant), nous obtenons la concentration solide.

2.1.3.3 Bilan d'énergie

Cet ensemble d'équations différentielles permet de décrire l'évolution énergétique dans notre cristalliseur. Il décrit principalement la variation de la température du cristalliseur. Dans notre étude, nous utilisons le refroidissement de la solution par la double-enveloppe pour obtenir la sursaturation. Nous supposons que le cristalliseur ne présente pas de perte de chaleur, c'est-à-dire que toute l'énergie thermique est transmise de la double enveloppe vers l'intérieur du réacteur ou l'inverse. La température du cristalliseur est alors exprimée par un bilan d'énergie dans le cristalliseur et dans la double enveloppe donné par les équations Eq. (2.13) et Eq. (2.14) :

$$\sum_{i=1}^3 (C_{p_i} n_i(t)) \dot{T}_{cr}(t) = -\Delta H_c V_T \dot{C}_s(t) - UA(T_{cr}(t) - T_j(t)) \quad (2.13)$$

$$C_{p_{ref}} n_{ref} \dot{T}_{de}(t) = C_{p_{ref}} \dot{n}_{ref}(t) (T_{j,in}(t) - T_{de}(t)) + UA(T_{cr}(t) - T_j(t)) \quad (2.14)$$

Avec :

- $C_{p_i}, i = 1, 2, 3, C_{p_{ref}}$: Capacités molaires thermiques respectivement du solide, soluté, solvant et du fluide de refroidissement [$J.K^{-1}.mol^{-1}$].
- $n_i, i = 1, 2, 3, n_{ref}$: Nombre de moles respectivement du solide, soluté, solvant et du

liquide de refroidissement [mol].

- T_{cr} : Température dans le cristalliseur [K].
- ΔH_c : Enthalpie de cristallisation [$J.mol^{-1}$].
- U : Coefficient global de transfert de chaleur [$J.m^{-2}K^{-1}s^{-1}$].
- A : Surface de transfert de chaleur [m^2].
- T_j : Température de la double enveloppe (**Temperature of the cooling jacket** en anglais) [K].
- $T_{j,in}$: Température du liquide de refroidissement à l'entrée de la double enveloppe (**Temperature of the cooling jacket at the inlet** en anglais)[K].

2.1.3.4 Cinétiques de nucléations, de croissance et de dissolution

Cinétique de nucléation :

La nucléation est le processus d'apparition des germes de cristal. Dans cette étude, ce qui nous intéresse, ce sont les cas de la nucléation **primaire homogène** et de la nucléation **secondaire de contact**, le taux de la nucléation $R_n(t)$ correspond à la somme de ces deux types de nucléation :

$$R_n(t) = R_{n_1}(t) + R_{n_2}(t) \quad (2.15)$$

Où

- R_{n_1} : Le taux de la nucléation primaire.
- R_{n_2} : Le taux de la nucléation secondaire.

Nucléation primaire :

Le taux de la nucléation primaire homogène est donné par (Bakir et al. (2006)), (Zhang (2011)) :

$$R_{n_1}(t) = a_{n_1} \exp\left(\frac{-bn_1}{\ln^2\left(\frac{C(t)}{C_{sat}(t)}\right)}\right) \quad (2.16)$$

avec :

- a_{n_1} : Paramètre Constant [$[nb].m^{-3}.s^{-1}$]
- b_{n_1} : Paramètre Constant [*sans dimension*]

Dans plusieurs travaux, les paramètres a_{n_1} et b_{n_1} sont considérés constants. Mais pour être plus précise, il faut aussi tenir compte de la variation de la température, de l'indice de soluté et de la concentration des solides quand nous calculons ces deux paramètres (Aamir et al. (2009)).

La concentration de saturation (C_{sat}) est une fonction de la température du cristalliseur :

$$C_{sat}(T_{cr}(t)) = a_{sat} \exp\left(\frac{\Delta H_f}{RT_{cr}(t)}\right) \quad (2.17)$$

avec :

- a_{sat} : Constante de sursaturation t [$mol.m^{-3}$]
- ΔH_f : Enthalpie de fusion [$J.mol^{-1}$]

Nucléation secondaire :

Le taux de la nucléation secondaire de contact est donné par :

$$R_{n2}(t) = K_{n2}(C(t) - C_{sat}(t))^{I_{n2}} C_s(t)^{J_{n2}} \quad (2.18)$$

avec :

- K_{n2} : Constante de nucléation secondaire [$[nb].m^{3(I_{n2}+J_{n2}-1)}mol^{-(I_{n2}+J_{n2}).s^{-1}}$].
- I_{n2}, J_{n2} : Exposants sans dimensions.

En examinant les deux expressions de la nucléation primaire et celle de la nucléation secondaire, nous remarquons que la première ne dépend que du rapport de la sursaturation, tandis que la deuxième dépend de la sursaturation absolue et aussi de la concentration du solide $C_s(t)$.

Dans le cas d'une saturation élevée et sans présence des cristaux, le nombre des germes produits par la nucléation secondaire est très faible par rapport à celui par la nucléation primaire. Cependant, le taux de nucléation primaire est beaucoup moins important que celui de nucléation secondaire dans le cas de la sursaturation faible avec la présence des cristaux.

Dans le cas d'une solution sous saturée, les cristaux sont en phase de dissolution. Par conséquent, le phénomène de nucléation ne peut pas se produire et nous avons :

$$R_n(t) = 0$$

Cinétique de croissance :

Cette cinétique sert à illustrer le passage des molécules depuis la solution liquide aux cristaux solides, ce qui augmente la taille des cristaux. En général, le taux de croissance est

proportionnelle à la sursaturation et à la taille du cristal Eq. (2.19) (Bakir et al. (2006)) :

$$G(x, t) = \frac{M_s}{2\rho_s} K_c \eta(x) (C(t) - C_{sat}(t))^J \quad (2.19)$$

avec :

M_s : La masse molaire du soluté [$Kg.mol^{-1}$]

ρ_s : La masse volumique [$Kg.m^3$]

K_c : Une constante de croissance [$mol^{1-J} m^{3J-2} s^{-1}$]

J : Un exposant (sans dimension)

$\eta(x)$: Facteur d'efficacité en fonction de la taille des cristaux x , il représente la solution d'une équation du second ordre Eq. (2.20) (pour $J = 1$ ou $J = 2$).

$$\frac{K_c}{K_d(x)} (C(t) - C_{sat}(t))^{J-1} \eta(x) + \eta^{\frac{1}{J}}(x) - 1 = 0 \quad (2.20)$$

Pour résoudre cette équation, il faut calculer le coefficient de diffusivité $K_d(x)$. Cette constante est également calculée pour chacune des tailles de cristaux selon la formule suivante :

$$K_d(x) = \frac{D}{x} \left(2 + 0.47 \left(\frac{x^{\frac{4}{3}} \epsilon^{\frac{1}{3}}}{\nu} \right)^{0.62} \frac{D_a^{0.17}}{T_R} \left(\frac{\nu}{D} \right)^{0.36} \right) \quad (2.21)$$

Avec :

D : La diffusivité du soluté [$m^2.s^{-1}$].

ϵ : L'énergie dissipée par unité de masse de suspension [W/kg]

ν : La viscosité cinématique de la solution [$m^2.s^{-1}$]

D_a : Le diamètre de l'agitateur [m]

T_R : Le diamètre du cristalliseur [m]

Comme mentionné ci-dessus, la valeur de $\eta(x)$ est la solution d'une équation dont le résultat dépend du choix de la valeur d'un exposant J . pour J égal à 1 ou 2 nous pouvons déduire la solution analytiquement. Dans le cas contraire, une optimisation sera nécessaire afin d'obtenir un résultat.

Dans le cadre de notre modèle, nous utilisons l'hypothèse de McCabe qui nous permet d'avoir une croissance indépendante de la taille des cristaux. Ainsi, η et K_d peuvent être calculés pour une taille moyenne de cristal x_{moy} .

Dissolution :

Si la solution est sous-saturée, les tailles de cristaux présentes déjà dans la solution diminuent à cause du phénomène de dissolution $D(t)$. L'expression de la cinétique de

dissolution est donnée par (Zhang (2011)) :

$$D(t) = K_{diss}(C_{sat}(t) - C(t))^{J_d} \quad (2.22)$$

avec :

K_{diss} : Paramètre constant de dissolution [$m^{3J_d+1}.mol^{-J_d}.s^{-1}$]

J_d : Exposant constant et positif de dissolution [*sans dimension*].

Le bilan de population Eq. (2.2) se réécrit comme suit :

$$\frac{\partial n(x, t)}{\partial t} + D(t) \frac{\partial n(x, t)}{\partial x} = 0 \quad (2.23)$$

2.1.3.5 Le modèle de cristallisation considéré

En couplant les différentes équations précédentes, nous obtenons le modèle complet d'une cristallisation en batch à une forme cristalline :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial n(x, t)}{\partial t} + (WG(t) + (1 - W)D(t)) \frac{\partial n(x, t)}{\partial x} = 0 \\ G(x, t) = \frac{M_s}{2\rho_s} K_c \eta(x) (C(t) - C_{sat}(t))^J \\ D(t) = K_{diss} (C_{sat}(t) - C(t))^{J_d} \\ \frac{d(V_i(t)C(t))}{dt} + \frac{d(V_T(t)C_s(t))}{dt} = 0 \\ V_i(t) = V_T(t) \left(1 - \frac{M_s}{\rho_s} C_s(t)\right) \\ C_s(t) = \frac{K_v \rho_s}{M_s} \int_{X_{min}}^{X_{max}} x^3 n(x, t) dx \\ \sum_{i=1}^3 (C_{p_i} n_i(t) \dot{T}_{cr}(t)) = -\Delta H_c V_T \dot{C}_s(t) - UA(T_{cr}(t) - T_{de}(t)) \\ C_{p_{ref}} n_{ref} \dot{T}_{de}(t) = C_{p_{ref}} \dot{n}_{ref}(t) (T_{ref}(t) - T_{de}(t)) + UA(T_{cr}(t) - T_{de}(t)) \\ R_n(t) = R_{n_1}(t) + R_{n_2}(t) \\ R_{n_1}(t) = a_{n_1} \exp\left(\frac{-bn_1}{\ln^2\left(\frac{C(t)}{C_{sat}(t)}\right)}\right) \\ R_{n_2}(t) = K_{n_2} (C(t) - C_{sat}(t))^{I_{n_2}} C_s(t)^{J_{n_2}} \\ n(x_{min}, t) = R_n(t) \frac{1}{G(t)} \\ n(x_{max}, t) = 0 \end{array} \right.$$

Avec W une variable binaire. Selon sa valeur, la modélisation correspond soit à la phase de sur-saturation ($W = 1$) ou bien de sous-saturation ($W = 0$).

2.2 Méthodes de résolution numérique des Equations aux Dérivées Partielles

Dans la section précédente, le modèle du processus de cristallisation par refroidissement en batch a été présenté. Ce modèle comporte un bilan de population obtenu à l'aide d'une Equation Dérivée Partielle (EDP), et par des Equations Différentielles Ordinaires (EDO). Il est nécessaire, pour pouvoir explorer numériquement le modèle, de transformer le bilan de population en équations aux dérivées ordinaires. Pour ce faire, plusieurs méthodes ont été adoptées. Nous pouvons énumérer quelques méthodes ici comme la méthode des moments (Giaya and Thompson (2004)), (Marchisio et al. (2003)), la méthode des différences finies (Godlewski and Raviart (2013)), (Bakir et al. (2006)), la méthode des volumes finis (LeVeque et al. (2002)), la méthode des éléments finis (Mahoney et al. (2002)), la méthode des caractéristiques (Aamir et al. (2009)). Il y a évidemment d'autres méthodes. Dans (Aamir et al. (2009)), une description détaillée de la plupart des méthodes utilisées a été longuement décrites. Aussi, une étude comparative des méthodes de résolution d'une EDP les plus couramment utilisées par a été effectuée pour comparer les performances de ces méthodes pour un contrôle en ligne du procédé (Mesbah et al. (2009)). Les méthodes de différences finies et de moments ont été utilisées dans ce travail. Pour simuler la variation dynamique de l'ensemble de la distribution, nous utiliserons la première méthode, pour s'assurer aussi que la forme de la DTC ne passe pas d'une distribution unimodale à une distribution bimodale pendant le processus de cristallisation et pour vérifier la valeur calculée de la taille moyenne du cristal en utilisant la méthode du moment. La deuxième technique (méthode des moments) a été utilisée pour simuler la variation dynamique des quatre premiers moments de la DTC (décrivant les principales caractéristiques de la DTC), afin de calculer la taille moyenne du cristal qui est basée sur les moments de la distribution. L'une des principales contributions de cette étude consiste à estimer les quatre premiers moments, d'où l'utilité d'utiliser la méthode des moments.

Dans cette partie, nous allons détailler la méthode des moments ainsi que la méthode des différences finies.

2.2.1 Méthode des moments

La méthode des moments est un outil couramment utilisé pour transformer le EDP en un ensemble simple d'équations différentielles ordinaires (ODE) (Uccheddu (2011)),

(Zhang (2011)),(Bakir (2006)). Elle permet de déterminer la dynamique de certains moments impliqués dans le calcul des caractéristiques de la distribution. L'avantage de cette méthode est qu'elle limite considérablement le nombre des équations à résoudre. Cependant, elle ne permet pas d'obtenir qu'un certain nombre de propriétés de la distribution. Ainsi, la méthode des moments semble beaucoup plus intéressante dans le cas où une bonne connaissance de la distribution n'est pas nécessaire. Cette approche est donc employée dans la suite pour calculer la taille moyenne des cristaux, qui correspond à la sortie de notre modèle que nous voulons contrôler. Cette méthode s'avère efficace lorsque **la croissance est indépendante de la taille.**

Le moment d'ordre i du système est donné par :

$$\mu_i(t) = \int_{x_{min}}^{x_{max}} x^i n(x, t) dx, \quad i = 0, 1, 2, \dots \quad (2.24)$$

Les quatre premiers moments ont leur signification physique (Zhang (2011)) :

- μ_0 : le nombre total de cristaux par unité de volume
- μ_1 : la largeur totale de cristaux par unité de volume
- μ_2 : le facteur de la surface totale de cristaux par unité de volume
- μ_3 : le facteur du volume total de cristaux par unité de volume

Il y a différentes grandeurs caractéristiques des tailles de cristaux qui sont basées sur certains moments de la distribution telles que (KLEIN et al. (1994)), (Aamir et al. (2009)) :

- La taille moyenne en nombre :

$$L_{n_{moy}} = \frac{\mu_1}{\mu_0} \quad (2.25)$$

- Coefficient de variance de la taille moyenne en nombre :

$$CV_{Ln} = \sqrt{\frac{\mu_0 \mu_2}{\mu_1^2} - 1} \quad (2.26)$$

- La taille moyenne en masse :

$$L_{m_{moy}} = \frac{\mu_4}{\mu_3} \quad (2.27)$$

- Coefficient de variance de la taille moyenne en masse :

$$CV_{Lm} = \sqrt{\frac{\mu_3 \mu_5}{\mu_4^2} - 1} \quad (2.28)$$

La dérivée du moment i par rapport au temps donne :

$$\frac{d\mu_i(t)}{dt} = \frac{d\left(\int_{x_{min}}^{x_{max}} x^i n(x, t)\right)}{dt} \quad (2.29)$$

Permutons la dérivée et l'intégrale

$$\frac{d\mu_i(t)}{dt} = \int_{x_{min}}^{x_{max}} x^i \frac{\partial n(x, t)}{\partial t} dx \quad (2.30)$$

En utilisant Eq. (2.3), nous avons :

$$\frac{d\mu_i(t)}{dt} = - \int_{x_{min}}^{x_{max}} x^i G(t) \frac{\partial n(x, t)}{\partial x} dx \quad (2.31)$$

L'intégration par partie donne :

$$\frac{d\mu_i(t)}{dt} = -\left([G(t)x^i n(x, t)]_{x_{min}}^{x_{max}} - iG(t) \int_{x_{min}}^{x_{max}} x^{i-1} n(x, t) dx\right) \quad (2.32)$$

$$\frac{d\mu_i(t)}{dt} = -0 + G(t)x_{min}^i n(x_{min}, t) + iG(t)\mu_{i-1}(t) \quad (2.33)$$

Selon les conditions aux frontières Eq. (2.8)-Eq. (2.9) et la définition du moment Eq. (2.24), nous obtenons la relation suivante :

$$\frac{d\mu_i(t)}{dt} = x_{min}^i R_n(t) + iG(t)\mu_{i-1}(t) \quad (2.34)$$

Pour le cas où la solution est sous-saturée (absence de nucléation), nous pouvons donc facilement déduire l'expression de la dérivée d'un moment d'ordre i :

$$\frac{d\mu_i(t)}{dt} = iD(t)\mu_{i-1}(t) \quad (2.35)$$

À partir des deux équations Eq. (2.33)-Eq. (2.34), les différentes EDOs permettant de décrire la variation des différents moments peuvent être mises sous la forme d'un système d'équations (2.36) :

$$\begin{cases} \dot{\mu}(t) = A_\eta(u, t)\mu(t) + B_\mu(u, t) \\ y = C_\mu\mu(t) \end{cases} \quad (2.36)$$

avec :

$$A_\mu = (WG(t) + (1 - W)D(t)) \begin{pmatrix} 0 & 3 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad B_\mu = R_n(t) \begin{pmatrix} x_{min}^3 \\ x_{min}^2 \\ x_{min} \\ 1 \end{pmatrix} \quad C_\mu = \begin{pmatrix} \mu_3(t) \\ \mu_2(t) \\ \mu_1(t) \\ \mu_0(t) \end{pmatrix}$$

$$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}, \mu(t) = \begin{pmatrix} \mu_3(t) \\ \mu_2(t) \\ \mu_1(t) \\ \mu_0(t) \end{pmatrix}$$

Et nous considérons que la mesure correspond au moment d'ordre 3, c'est-à-dire $\mu_3(t)$, qui est proportionnel à la concentration en solide d'après Eq. (2.11) et Eq. (2.23) :

$$\mu_3(t) = \frac{M_s}{K_v \rho_s} C_s(t) \quad (2.37)$$

2.2.2 Différences Finies (MDF)

La méthode des différences finies est une méthode de discrétisation qui consiste à approximer les dérivées successives d'une fonction grâce au développement limité de Taylor. Ces approximations sont faites à l'aide d'un schéma de discrétisation (un maillage) qui permet de déterminer la valeur de la fonction pour certains points de son intervalle de variations. Le schéma de discrétisation peut être soit à pas fixe ou bien à pas variable en fonction de la dynamique de variation de la fonction. Cette méthode est basée sur :

- La définition d'une grille finie de points dans ce domaine
- L'approximation des dérivées de l'équation en utilisant le développement de Taylor autour des nœuds du maillage.

Pour obtenir un modèle adapté, nous allons discrétiser la taille de cristaux avec un pas constant Δx .

Soit une fonction à deux variables $f(x, y)$ supposée suffisamment dérivable, le développement de Taylor en $(x + \Delta x, y + dy)$ à l'ordre n est le suivant (LE POURHIET (1988)), (Sibony (1988)), (Aamir et al. (2009)) :

$$\begin{aligned} f(x + dx, y + dy) &= f(x, y) + dx \frac{\partial f}{\partial x}(x, y) + dy \frac{\partial f}{\partial y}(x, y) + \frac{(dx)^2}{2!} \frac{\partial^2 f}{\partial x^2}(x, y) \\ &+ \frac{(dy)^2}{2!} \frac{\partial^2 f}{\partial y^2}(x, y) + dx dy \frac{\partial^2 f}{\partial x \partial y}(x, y) + \dots \\ &+ \frac{1}{(n-1)!} (dx \frac{\partial}{\partial x} + dy \frac{\partial}{\partial y})^{(n-1)} f(x, y) + \epsilon_n(x + dx, y + dy) \end{aligned} \quad (2.38)$$

Avec :

$$\lim_{(dx, dy) \rightarrow (0, 0)} \epsilon_n(x + dx, y + dy) = 0 \quad (2.39)$$

Pour un maillage à pas fixe ayant (x_0, y_0) comme point initial, nous définissons les notations suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} x_i = x_0 + idx \\ y_j = y_0 + jdy \\ f_{i,j} = f(x_i, y_j) = f(x_0 + idx, y_0 + jdy) \\ f_x = \frac{\partial f}{\partial x}(x_i, y_i) \\ f_{xx} = \frac{\partial^2 f}{\partial x^2}(x_i, y_i) \\ etc... \end{array} \right. \quad (2.40)$$

En se restreignant au deuxième ordre du développement et en fixant y , nous avons les relations suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} f_{i-1,j} = f_{i,j} - dx f_x + \frac{(dx)^2}{2} f_{xx} \\ f_{i+1,j} = f_{i,j} + dx f_x + \frac{(dx)^2}{2} f_{xx} \end{array} \right. \quad (2.41)$$

En se limitant à l'ordre 1, nous pouvons déduire les expressions des différences finies à droite Eq. (2.42) et à gauche Eq. (2.43) suivantes :

$$f_x = \frac{f_{i+1,j} - f_{i,j}}{dx} \quad (2.42)$$

$$f_x = \frac{f_{i,j} - f_{i-1,j}}{dx} \quad (2.43)$$

En utilisant l'approximation d'ordre 2, nous déduisons l'expressions des différences finies centrées :

$$f_x = \frac{f_{i+1,j} - f_{i-1,j}}{2dx} \quad (2.44)$$

Pour le point correspondant à la plus petite taille de la distribution $x_1 = x_{min}$, nous utilisons les différences finies à droites et notre bilan de population devient :

$$\dot{n}_{x_1} = \frac{\partial n(x_1, t)}{\partial t} = -G(t) \frac{\partial n(x_1, t)}{\partial x} = -G(t) \frac{n(x_2, t) - n(x_1, t)}{\Delta x} \quad (2.45)$$

Pour les points intérieurs (c'est à dire du 2^{ème} au $(N - 1)$ ème point), nous utilisons les différences finies centrées :

$$\dot{n}_{x_i} = \frac{\partial n(x_i, t)}{\partial t} = -G(t) \frac{\partial n(x_i, t)}{\partial x} = -G(t) \frac{n(x_{i+1}, t) - n(x_{i-1}, t)}{2\Delta x} \quad (2.46)$$

Pour le N ième point, nous utilisons les différences finies à gauche :

$$\dot{n}_{x_N} = \frac{\partial n(x_N, t)}{\partial t} = -G(t) \frac{\partial n(x_N, t)}{\partial x} = -G(t) \frac{n(x_N, t) - n(x_{N-1}, t)}{2\Delta x} = 0 \quad (2.47)$$

On peut maintenant définir un système d'équations aux dérivées ordinaires qui va représenter notre modèle :

$$\dot{n}(t) = A_1(t)n(t) = -\frac{G(t)}{\Delta x} A n(t) \quad (2.48)$$

avec :

$$n(t) = \begin{pmatrix} n(x_1, t) \\ n(x_2, t) \\ \vdots \\ n(x_{N-1}, t) \\ n(x_N, t) \end{pmatrix} \quad (2.49)$$

$$A = \begin{pmatrix} -1 & 1 & 0 & \dots & 0 \\ -\frac{1}{2} & 0 & \frac{1}{2} & \ddots & \vdots \\ 0 & \ddots & \ddots & \ddots & 0 \\ \vdots & \ddots & -\frac{1}{2} & 0 & \frac{1}{2} \\ 0 & \dots & 0 & -1 & 1 \end{pmatrix} \quad (2.50)$$

Le premier et le dernier élément du vecteur Eq. (2.49) sont définis par les conditions aux limites. Nous avons déjà vu dans la section 2.1.3.1 la condition pour les grandes tailles dont la valeur est égale à zéro, ce qui équivaut à imposer $\dot{n}(x_N, t) = 0, \forall t$. C'est une condition de NEUMANN. Pour la condition aux limites pour les petites tailles, elle est imposée par la nucléation et la croissance. C'est une condition de DIRICHLET.

Si nous considérons la condition aux limites $n(x_{min}, t)$ comme une entrée du système et non un état (Eq. (2.8)). Le système prend la forme suivante (avec la prise en compte de la phase sous-saturée c-à-d. de la dissolution) :

$$\dot{n}_x(t) = A_{x1}n_x(t) + B = -\frac{(WG(t) + (1 - W)D(t))}{\Delta x} A_x n_x(t) + B \quad (2.51)$$

Où :

$$n_x(t) = \begin{pmatrix} n(x_2, t) \\ n(x_3, t) \\ \vdots \\ n(x_{N-1}, t) \\ n(x_N, t) \end{pmatrix}, A_x = \begin{pmatrix} 0 & -\frac{1}{2} & 0 & \dots & 0 \\ \frac{1}{2} & 0 & -\frac{1}{2} & \ddots & \vdots \\ 0 & \ddots & \ddots & \ddots & 0 \\ \vdots & \ddots & -\frac{1}{2} & 0 & \frac{1}{2} \\ 0 & \dots & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}, B = \begin{pmatrix} \frac{Rn(t)}{2\Delta x} \\ 0 \\ \vdots \\ 0 \end{pmatrix}$$

Avec cette discrétisation nous approximations aussi le calcul de la concentration du solide $C_s(t)$ par la méthode du trapèze (Zhang (2011)) :

$$C_s(t) = \frac{K_v \rho_s}{M_s} \int_{X_{min}}^{X_{max}} x^3 n(x, t) dx \approx \frac{K_v \rho_s \Delta x}{2M_s} \sum_{i=0}^{N-1} [x_i^3 n(x_i, t) + x_{i+1}^3 n(x_{i+1}, t)] \quad (2.52)$$

L'un des avantages majeurs de la MDF est la possibilité de rendre la taille des mailles aussi petite que l'on veut pour avoir une bonne précision. La structure linéaire du modèle est un autre avantage très intéressante pour le calcul de la loi de commande. Cependant, pour une bonne précision, il faut un maillage très fin ce qui augmente le nombre d'équations à résoudre et demande un temps de calcul important. Le choix du nombre de points est le résultat d'un compromis entre la précision et la rapidité du calcul de la solution.

2.3 Conclusion

La modélisation d'un procédé de cristallisation a été introduite dans ce chapitre. Il s'agit d'un modèle complexe. Cette complexité est due au fait qu'il implique de nombreux phénomènes. Afin de pouvoir construire ce modèle, les bilans matière, de population et d'énergies ont été utilisés. Afin de résoudre ce modèle, il faut transformer le bilan de population en équations différentielles ordinaires pour de pouvoir l'exploiter numériquement. Dans ce travail, pour simuler le processus de cristallisation, le PBE a été résolu en utilisant la méthode du moment et la méthode des différences finies. La méthode des différences finies a été utilisée pour décrire l'évolution dynamique de l'ensemble de la distribution et pour vérifier qu'elle est souvent unimodale et qu'elle peut donc être bien représentée par la taille moyenne des cristaux calculée par la méthode du moment.

Chapitre 3

Estimation et contrôle du procédé de cristallisation

Sommaire

3.1	Etat de l'art de contrôle et d'estimation des procédés de cristallisation . .	64
3.2	Estimation des moments	68
3.2.1	Structure de l'observateur à grand gain en cascade proposé pour l'es- timation des moments	68
3.2.2	Résultats de simulations	70
3.3	Contrôle	77
3.3.1	PI intelligent appliqué au procédé de cristallisation en batch	78
3.3.2	Comparaison entre le P intelligent avec un filtre et le PI intelligent avec mode glissant	90
3.4	Conclusion	101

Introduction

Afin d'être utilisés dans des différentes applications, les cristaux produits doivent répondre à des spécifications bien déterminées (taille moyenne en nombre, taille moyenne en masse, coefficient de variance de la taille moyenne en masse, etc). Dans ce travail, le but du contrôle est de générer une distribution de taille de cristaux (DTC) ayant une taille moyenne adéquate. Afin d'atteindre notre objectif, un observateur à grand gain en cascade a été utilisé pour estimer la taille moyenne de la DTC, en utilisant seulement la température du cristalliseur et la concentration en soluté. La synthèse d'un tel observateur avec les résultats des simulations sera détaillée dans la deuxième partie de ce chapitre après avoir donné un état de l'art de contrôle et d'estimation de procédés de cristallisation dans la première partie. La dernière partie de ce chapitre sera dédiée aux techniques de contrôles appliquées à ce procédé pour atteindre la taille moyenne adéquate.

3.1 Etat de l'art de contrôle et d'estimation des procédés de cristallisation

Grâce à la haute pureté de produit obtenue, le procédé de cristallisation a des applications industrielles très diversifiées. Nous le trouvons dans le domaine pharmaceutique (Shi et al. (2005)), alimentaire (Vu et al. (2006)), de microélectronique (Shekunov and York (2000)), l'industrie pétrochimique (Christofides et al. (2008)) etc. La cristallisation en batch est un mode de fonctionnement très utilisé pour diverses raisons : simplicité et flexibilité, plus facile et moins cher à développer que la cristallisation en continu et en semi-batch, et plus économique lorsque de petits volumes de produit sont nécessaires. Ce mode batch est généralement utilisé avec refroidissement, ajout d'anti-solvant ou évaporation pour créer une **sursaturation**. C'est la force thermodynamique motrice du processus de cristallisation.

Il est très important d'avoir une distribution étroite *uni-modale* de la taille des cristaux avec une grande taille moyenne des cristaux. C'est un facteur important et nécessaire qui affecte à la fois la qualité du produit et les processus ultérieurs, tels que la filtration, le lavage et le séchage (Jones et al. (1987)), (Barrett et al. (2005)). Il est donc important d'appliquer une stratégie de commande pour obtenir la DTC désirée. Plusieurs approches de contrôle ont été développées, en employant le profil de température pour contrôler la sursaturation.

On peut classer les approches de contrôle employées pour atteindre une DTC souhaitée en deux catégories. Soit en tant qu'approche basée sur un modèle (model-based en anglais), soit en tant

qu'approche non basée sur un modèle (unmodel-based, en anglais).

Dans le cas des approches à base de modèles, un modèle de processus est utilisé pour déterminer un profil de refroidissement afin d'atteindre les objectifs souhaités. Les objectifs à atteindre sont généralement en fonction des propriétés finales de la DTC comme la taille moyenne des cristaux, (Miller and Rawlings (1994)) la taille moyenne en masse, (Zhang and Rohani (2004)) le volume total des cristaux fins, (Paengjuntuek et al. (2008b)) etc.

Au cours des dernières années, plusieurs politiques de refroidissement ont été utilisées. Le refroidissement naturel a été largement utilisé en raison de sa simplicité. Cependant, ce mode de refroidissement incontrôlé entraîne une mauvaise qualité de la DTC. L'utilisation de la méthode de refroidissement linéaire dans la littérature, (Xie et al. (2001)) où la température diminue à vitesse constante, montre une légère amélioration dans une DTC finale. En revanche, une amélioration significative de la qualité des cristaux a été observée en utilisant le refroidissement dit *optimal* ou *programmé* (Bohlin and Rasmuson (1992)). Ce type de refroidissement a été proposé par, (Mullin and Nývlt (1971)) et modifié par (Jones (1974)), (Jones and Mullin (1974)) où la température du cristalliseur diminue lentement au début du processus en batch et augmente plus rapidement vers la fin. L'effet de ces différentes politiques de refroidissement dans le cas de la cristallisation par ensemencement en batch de l'alum de potassium est détaillé dans (Doki et al. (2001)).

Au cours de la dernière décennie, un grand intérêt a été porté à l'utilisation de l'optimisation pour calculer le profil de refroidissement optimal afin d'améliorer la DTC finale. Les objectifs d'optimisation sont généralement définis en termes de propriétés finales de la DTC (Zhang and Rohani (2004)), (Miller and Rawlings (1994)), (Paengjuntuek et al. (2008b)) et (Zhang and Rohani (2003)) etc. Dans la plupart des premières études, la commande était en boucle ouverte et en appliquant le profil déterminé hors ligne.

Au cours de la dernière décennie, un grand intérêt a été porté à l'utilisation de l'optimisation pour calculer le profil de refroidissement optimal afin d'améliorer la DTC finale. Les objectifs d'optimisation sont généralement définis en termes de propriétés finales de la DTC (Zhang and Rohani (2004)), (Miller and Rawlings (1994)), (Paengjuntuek et al. (2008b)) et (Zhang and Rohani (2003)) etc. Dans la plupart des premières études, la commande était en boucle ouverte et en appliquant le profil déterminé hors ligne.

Cependant, l'efficacité de la commande en boucle ouverte est généralement dégradée en raison de la présence de nombreux phénomènes cinétiques qui ne sont pas tous forcément bien connus ou parfaitement maîtrisés, de nombreux paramètres cinétiques incertains qui entraînent un modèle du système imprécis, un comportement fortement non linéaire, un manque des instruments adéquats pour mesurer tous les états du système et aussi à cause de l'existence de

perturbations non mesurées. Pour faire face à ces problèmes, de nombreuses politiques ont été appliquées. Parmi ces méthodes, une approche efficace pour compenser l'erreur de modélisation consiste à calculer en ligne le profil optimal à appliquer au procédé pour atteindre l'objectif désiré (Paengjuntuek et al. (2008a)), (Zhang and Rohani (2003)), (Arpornwichanop et al. (2005)). Afin de réaliser cette approche d'optimisation en ligne, la connaissance des variables d'état et/ou des paramètres cinétiques actuels est cruciale. Ainsi, un estimateur (observateur) en ligne pour estimer ces variables de procédé inconnues à l'aide des mesures de procédé disponibles est également nécessaire. Un filtre de Kalman étendu (EKF) est l'un des nombreux observateurs utilisés pour estimer avec succès les états non mesurés et les paramètres cinétiques (Abbas and Romagnoli (2006)), (Saengchan et al. (2011)). Cette technique est mise en œuvre avec succès dans (Zhang and Rohani (2003)) pour estimer sept variables d'état non mesurées en utilisant seulement les trois mesures (température du cristalliseur, concentration du soluté et la température de l'enveloppe de refroidissement) dans le contrôle optimal en ligne du procédé d'alum potassique. Dans (Mesbah et al. (2011a)), un observateur de Luenberger étendu a été utilisé pour fournir des estimations de la concentration en soluté qui est nécessaire pour déterminer le profil du contrôle optimal nécessaire. Afin d'estimer la distribution des tailles de cristaux finale, de nombreux observateurs ont été développés. Par exemple, pour la reconstitution des moments de la distribution (Motz et al. (2008)), les auteurs emploient un modèle qui se base sur la méthode du moment. Avec des mesures des moments μ_1 et μ_2 , une estimation des moments μ_3 , μ_4 et μ_5 est réalisée pour la correction du vecteur de variables d'état. Dans (Bakir et al. (2006)), la germination est considérée comme une mesure discrète pour l'estimation de la distribution. Mais, dans (Motz et al. (2008)) et (Bakir et al. (2006)), les mesures utilisées sont souvent difficiles à obtenir et il est alors difficile de mettre en œuvre ces types d'observateurs. En plus, ces mesures sont physiquement impossibles dans certains cas, cela peut limiter ces travaux uniquement à des résultats théoriques ou à des résultats de simulation. Dans (Uccheddu (2011)), un observateur à grand gain a été utilisé pour estimer la nucléation dans le cas d'un procédé de cristallisation de l'oxalate d'ammonium en batch. Cette estimation est réalisée en utilisant la concentration en soluté comme mesure (Uccheddu et al. (2011)). De cette estimation, la distribution finale de la taille des cristaux est prédite avec un second observateur. Dans le cas d'une cristallisation semi-batch, une analyse comparative des performances de divers observateurs non linéaires pour le contrôle en boucle fermée est donnée par (Mesbah et al. (2011b)).

La commande en boucle fermée a pour but aussi de rejeter les perturbations du processus, pour tenir compte des imperfections du modèle et pour compenser les écarts par rapport à la trajectoire nominale. De nombreuses techniques de contrôle avancées ont été appliquées pour le contrôle de la cristallisation en batch. Par exemple, le contrôleur PI (Aziz et al. (2000)), le

contrôle générique (Arpornwichanop et al. (2005)), (Cott and Macchietto (1989)), la commande adaptatif (Rotstein and Lewin (1992)), la commande prédictive (Saengchan et al. (2011)), la commande par mode glissant (Gamez-Garci et al. (2012)) etc.

Contrairement à la première approche, le contrôle non basé sur un modèle ou le contrôle sans modèle (MFC) permet de contrôler le processus sans avoir besoin de connaissances préalables d'un modèle pour décrire les cinétiques de la cristallisation. Dans (Nagy et al. (2008)), la trajectoire de sursaturation est suivie, en utilisant la température de l'enveloppe comme variable de contrôle, et les mesures de concentration avec la courbe de solubilité. Les résultats de cette approche sont moins sensibles aux perturbations qu'un contrôle optimal de la température basées sur un modèle. Toutefois, les deux techniques de contrôle sont sensibles aux variations de la courbe de solubilité. De plus, les mesures de concentration pourraient être biaisées par n'importe quel contaminant dans le cristalliseur, ce qui diminue l'efficacité des deux approches. C'est pourquoi une approche alternative sans modèle a été utilisée dans (Abu Bakar et al. (2009)), (Kacker et al. (2015)) appelée contrôle direct de nucléation (DNC). Pour un tel contrôle, le nombre de nucléi (mesuré à l'aide du capteur FBRM) est directement contrôlé en manipulant le profil de température, en ajoutant des anti-solvants, etc. L'approche DNC, ne nécessitant pas de mesure de concentration, s'est révélée plus résistante à l'impureté ou au solvant résiduel que la technique de contrôle de la sursaturation.

Un nouveau contrôleur sans modèle avec Intelligent Proportional Integral Derivative Control (iPID) a été récemment introduit par (Fliess (2009)), (Fliess and Join (2013)). Cette nouvelle commande sans modèle a montré une capacité de contrôle efficace sur une variété d'applications telles que le contrôle automatique du climat sous serre (Lafont et al. (2015)), le quadrotor (Al Younes et al. (2014)), les convertisseurs DC/DC et moteurs (Michel et al. (2010)) etc. Ce qui nous a motivé à appliquer ces lois de contrôle sur le procédé de cristallisation.

Le but du contrôle dans ce travail est de générer une distribution des tailles de cristaux ayant une taille moyenne adéquate. Une modélisation qui relie directement la taille moyenne à la variable de commande (température) va être proposée. La structure de contrôle que nous allons appliquer nécessite la taille moyenne des cristaux L , qui est supposée être mesurée dans ce travail. Mais dans la pratique, la mesure de L nécessite des capteurs précis et donc coûteux. Un observateur, basé sur le modèle physique, pourrait être utilisé pour estimer μ_0 et μ_1 (Eq. (2.36)) et pour déduire la valeur L (c'est le rapport μ_1 sur μ_0). Pour cela, nous allons tout d'abord utilisé un observateur à grand gain en cascade pour estimer la taille moyenne de la distribution des tailles de cristaux. L'intérêt de l'observateur proposé réside dans l'utilisation de mesures accessibles facilement. Nous allons alors opté pour l'utilisation de la mesure de la température de cristalliseur et la concentration en soluté. Ensuite, nous allons appliqué et comparé les diffé-

rentes structures de la commande sans modèle pour avoir une DTC unimodale avec une taille moyenne désirée.

3.2 Estimation des moments

Dans cette partie, nous allons présenter le résultat de simulation obtenus l'ors de l'application d'un observateur à grand gain en cascade conçu pour estimer les quatre premiers moments de la distribution des tailles de cristaux (Eq. (2.36)), et les résultats de simulation obtenus. Ces quatre moments sont nécessaires pour déduire la valeur de la taille moyenne L (c'est le rapport μ_1 sur μ_0). La performance d'un tel observateur proposé est illustrée par simulation avec des mesures bruitées de la température et du soluté.

3.2.1 Structure de l'observateur à grand gain en cascade proposé pour l'estimation des moments

Trois observateurs à grand gain nous ont permis d'estimer la taille moyenne des cristaux (Afsi et al. (2016)). Le premier et le second observateur ont pour but d'estimer la concentration en solides, tandis que le troisième (qui dépend des estimations données par les deux premiers) est dédié à l'estimation des moments μ_0 , μ_1 et μ_2 . Ces trois observateurs ont la forme (Eq. (1.74)), qui sont conçut pour trois systèmes de la forme (Eq. (1.36)).

1. Estimation de la concentration de la phase solide :

- **Première phase (Premier observateur) :**

A partir du bilan de matière (Eq. (2.10)) et de l'expression du volume de la phase liquide (Eq. (2.11)), un calcul simple donne :

$$\frac{dC(t)}{dt} = \frac{\frac{M_s}{\rho_s} C(t) - 1}{1 - \frac{M_s}{\rho_s} C_s(t)} \frac{dC_s(t)}{dt} \quad (3.1)$$

Introduisant la variable suivante :

$$Z(t) = \frac{1}{1 - \frac{M_s}{\rho_s} C_s(t)} \frac{dC_s(t)}{dt} \quad (3.2)$$

Cette variable peut être estimée en appliquant l'observateur (1.74) sur le système

augmenté suivant qui vérifie les hypothèses de l'observateur (C_4) :

$$\begin{pmatrix} \dot{C}(t) \\ \dot{Z}(t) \\ \dot{\zeta}(t) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & \frac{M_s}{\rho_s} C(t) - 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} C(t) \\ Z(t) \\ \zeta(t) \end{pmatrix}, \quad (3.3)$$

$$y(t) = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} C(t) \\ Z(t) \\ \zeta(t) \end{pmatrix} \quad (3.4)$$

• **Deuxième phase (Deuxième observateur) :**

En remplaçant $\frac{dC_s(t)}{dt}$ par son expression donnée par l'équation (3.2) dans le bilan énergétique (Eq. (2.14)), nous obtenons l'expression suivante de T_{cr} :

$$\frac{dT_{cr}(t)}{dt} = \frac{-\Delta H_c V_T Z(t) \left(1 - \frac{M_s}{\rho_s}\right) - U A_c (T_{cr}(t) - T_j(t))}{\sum_{i=1}^3 C_{p_i} n_i} \quad (3.5)$$

Ce qui donne le modèle suivant qui sera utilisé pour estimer la concentration en solides et qui vérifie les hypothèses de l'observateur (C_4) :

$$\begin{cases} \frac{dT_{cr}(t)}{dt} = \frac{-\Delta H_c V_T Z(t) \left(1 - \frac{M_s}{\rho_s}\right) - U A_c (T_{cr}(t) - T_j(t))}{\sum_{i=1}^3 C_{p_i} n_i} \\ \frac{dC_s(t)}{dt} = Z(t) \left(1 - \frac{M_s}{\rho_s} C_s(t)\right) \\ y(t) = T_{cr}(t) \end{cases} \quad (3.6)$$

Ce système peut être écrit sous la forme matricielle suivante qui prend la forme canonique (C_4) (Eq. (1.36)) :

$$\begin{pmatrix} \dot{T}_{cr}(t) \\ \dot{C}_s(t) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & \frac{\Delta H_c V_T Z(t) \frac{M_s}{\rho_s}}{\sum_{i=1}^3 C_{p_i} n_i} \\ 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} T_{cr}(t) \\ C_s(t) \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} \frac{\Delta H_c V_T Z(t) - U A_c (T_{cr}(t) - T_j(t))}{\sum_{i=1}^3 C_{p_i} n_i} \\ Z(t) \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 0 \\ \epsilon_2 \end{pmatrix}, \quad (3.7)$$

et

$$y(t) = \begin{pmatrix} 1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} T_{cr}(t) \\ C_s(t) \end{pmatrix}. \quad (3.8)$$

Avec $\epsilon_2 = -Z(t) \frac{M_s}{\rho_s} C_s(t)$.

Alors, à partir de l'estimation de $C_s(t)$, nous pouvons déduire μ_3 qui est proportionnel à la concentration en solide d'après (Eq. (2.37)) :

$$\mu_3(t) = \frac{M_s}{K_v \rho_s} C_s(t). \quad (3.9)$$

Nous allons utiliser μ_3 comme sortie (mesure) pour le troisième observateur.

2. Estimation des moments μ_0, μ_1 et μ_2 :

Afin d'obtenir une bonne estimation de μ_0, μ_1 et μ_2 , il faut normaliser les variables pour obtenir le même ordre de grandeur. Le nouveau vecteur de variables est le suivant :

$$\xi = \begin{pmatrix} \xi_3 \\ \xi_2 \\ \xi_1 \\ \xi_0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} x_0^{-3} \mu_3 \\ x_0^{-2} \mu_2 \\ x_0^{-1} \mu_1 \\ x_0^0 \mu_0 \end{pmatrix} \quad (3.10)$$

Avec ce changement de variable, les différents EDOs permettant de décrire la variation des différents moments (Eq. (2.36)) peuvent être mises sous la forme suivante :

$$\begin{cases} \dot{\xi}(t) = A_3(u, t)\xi(t) + B_3(u, t) \\ y_3 = C_3\xi(t) \end{cases} \quad (3.11)$$

avec :

$$A_3(u, t) = \frac{(WG(t)+(1-W)D(t))}{x_0} \begin{pmatrix} 0 & 3 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}, B_3 = \begin{pmatrix} R_n(t) \\ R_n(t) \\ R_n(t) \\ R_n(t) \end{pmatrix},$$

$$C_3 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Avec le taux de la nucléation $R_n(t)$ est connu.

3.2.2 Résultats de simulations

Les paramètres utilisés dans cette simulation sont tirés de l'étude approfondie de la cristallisation de l'acide adipique dans l'eau par (Mullin and Nývlt (1971)). Pour cette simulation, les conditions opératoires sont :

- $C_{sat}(0)$, solution d'acide adipique sous-saturée de départ, est fixée à 50C pour une température de 323K.

Tableau 3.1 – Paramètres de cristallisation de l'acide adipique (Mullin and Nývlt (1971))

Parameter	Definition	Unit	Value
a_{N1}	Pre-exponential primary nucleation parameter	$\text{nb.m}^{-3}.\text{s}^{-1}$	$1.5 \cdot 10^{+12}$
b_{N1}	Exponential primary nucleation parameter	No dimension	0.69
a_{N2}	Secondary nucleation parameter	$\text{Nb.m}^{3(I+j-1)}.mol^{-i-j}.\text{s}^{-1}$	1440
Kc	Growth constant	$\text{mol}^{(1-g)}.m^{(3g-2)}.\text{s}^{-1}$	$1.57 \cdot 10^{-2}$
i	Exponent	No dimension	1.968
j	Exponent	No dimension	1
g	Exponent	No dimension	2
M_s	Molar mass of the solute	Kg.m^{-1}	$146.14 \cdot 10^{-3}$
ρ_s	Density of the solute	Kg.m^{-3}	1360
Kv	Crystal shape factor	No dimension	$\Pi/6$
C_{p1}	Solute molar heat capacity	$\text{J.K}^{-1}.mol^{-1}$	3.72
C_{p2}	Molar heat capacity of the solid	$\text{J.K}^{-1}.mol^{-1}$	7.44
C_{p3}	Molar heat capacity of water	$\text{J.K}^{-1}.mol^{-1}$	75.33
ΔH_c	Crystallization enthalpy	J.mol^{-1}	-48000
U	Overall heat transfer coefficient through the jacket	$\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$	1000
A_c	Contact surface of the jacket	m^2	2.210^{-2}

- $C(0)$, concentration du soluté de départ, est de 1550 mol/m^3 .
- Au départ, la température de refroidissement est maintenue à 320 K .
- La température de la double enveloppe initiale est de 323 K .
- Durant le procédé de cristallisation, la pente de refroidissement est maintenue à -1 C/min .

La figure 3.1 illustre l'évolution de la concentration du soluté au cours du procédé de cristallisation en batch de l'acide adipique par refroidissement et sans semence. La largeur de

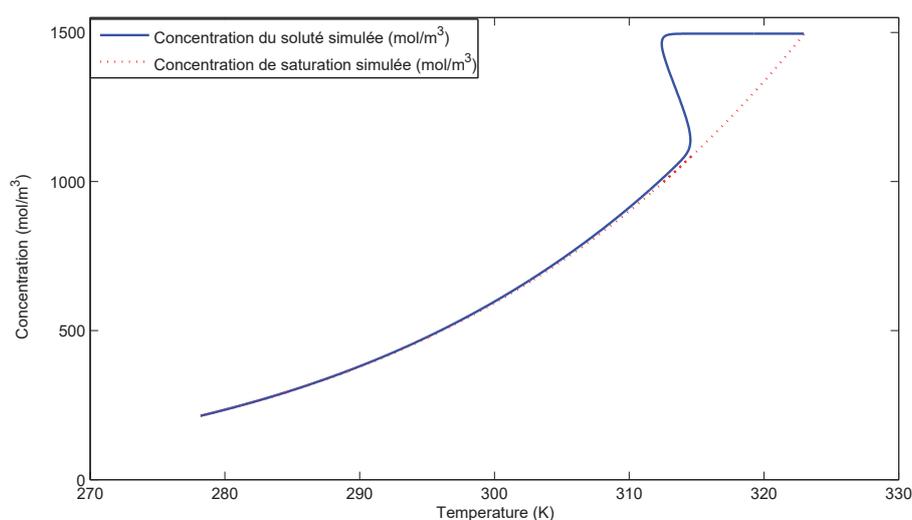


FIGURE 3.1 – Simulation de la concentration du soluté (ligne continue) et la concentration de saturation (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l'acide adipique.

la zone métastable continue à augmenter vu que le taux de la nucléation (primaire et secondaire) et de la croissance sont faibles. Nous voyons que jusqu'à une température de $313K$, la valeur de C_{sat} (concentration de saturation) décroît à environ $1020mol/m^3$ et la valeur de la sursaturation absolue ($\Delta C(t) = C(t) - C_{sat}(t)$) atteint sa valeur maximale ($530mol/m^3$). Ensuite, l'augmentation de taux de la nucléation primaire (figure 3.2) ainsi que de taux de croissance (figure 3.4) permettent la consommation de la sursaturation (figure 3.1). Par conséquent, la concentration du soluté rejoint la concentration de saturation.

La croissance de cristaux fait apparaître la nucléation secondaire qui dépend de la sursaturation et de la concentration en solides (figure 3.3). En raison des faibles valeurs de sursaturation, la faible nucléation secondaire est attendue pendant la suite du procédé.

La figure 3.5 représente la valeur simulée de la nucléation $R_n(t)$, la somme de la cinétique de nucléation primaire et secondaire, ainsi que la nucléation utilisée pour l'observateur. Une grande différence entre la nucléation simulée et la nucléation bruyante peut être observée, ceci est dû en particulier à l'expression exponentielle de la nucléation primaire (Eq. (2.16)). En effet, un bruit important mais réaliste est ajouté à la valeur de concentration du soluté qui est utilisée pour calculer la valeur de nucléation primaire et cela a provoqué un écart important par rapport à une nucléation simulée. Toutefois, l'observateur est performant et montre une bonne insensibilité au bruit de mesure. L'écart entre la croissance simulée et la croissance obtenue par l'observateur est moins important que dans le cas de la nucléation (figure 3.4), cela est dû à l'expression quadratique de la cinétique de croissance (Eq. (2.19)).

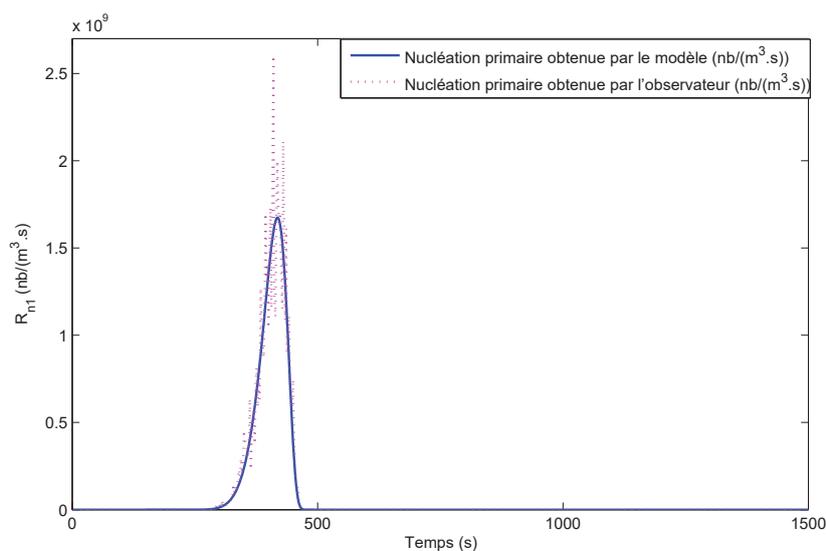


FIGURE 3.2 – Simulation de la nucléation primaire obtenue par le modèle (ligne continue) et celle obtenue par l'observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l'acide adipique.

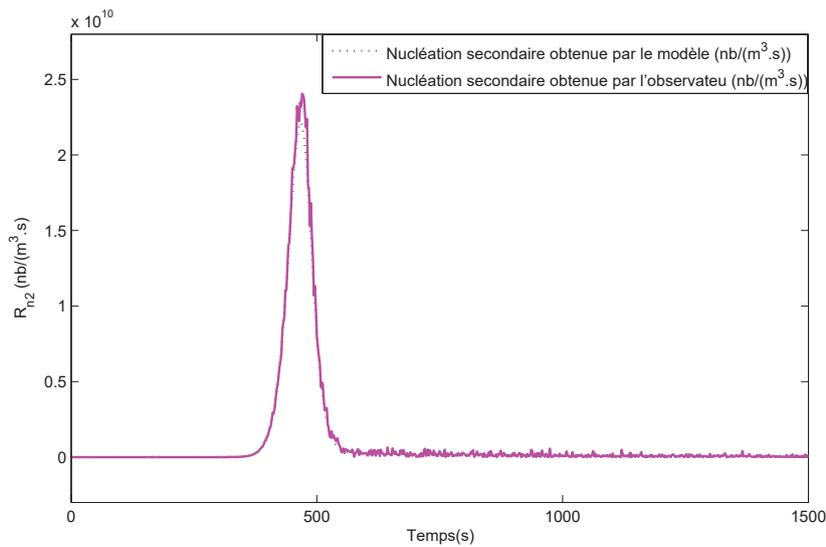


FIGURE 3.3 – Simulation de la nucléation secondaire obtenue par le modèle (ligne continue) et celle obtenue par l’observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l’acide adipique.

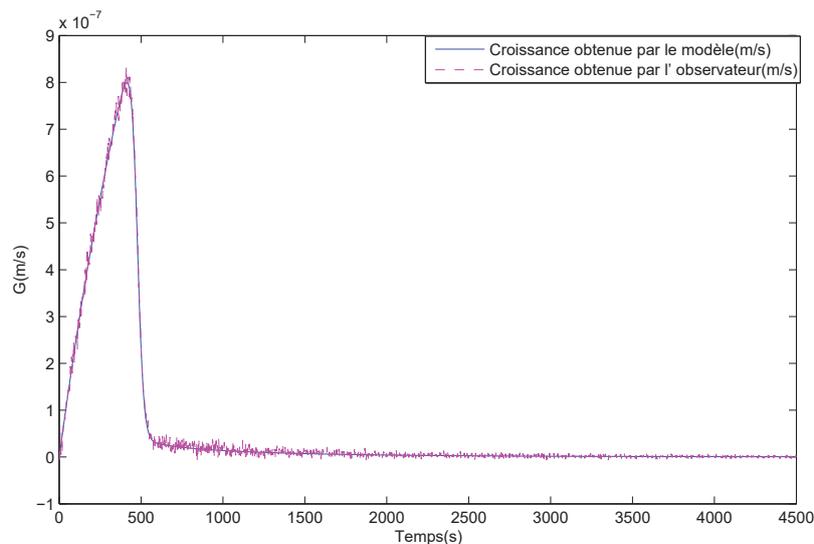


FIGURE 3.4 – Simulation de la croissance obtenue par le modèle (ligne continue) et celle obtenue par l’observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l’acide adipique.

Figure 3.6 représente la variable intermédiaire simulée et estimée $Z(t)$. Bien que la dynamique de cette variable ne soit pas modélisée, son estimation est très satisfaisante et pourrait être utilisée dans l’estimation de la concentration de solide $C_s(t)$ comme le montre la figure 3.7. Cette concentration sera ensuite utilisée pour estimer les trois premiers moments de la distribution des tailles de cristaux.

Bien qu’ils fournissent peu d’informations sur la DTC, les quatre principaux moments de

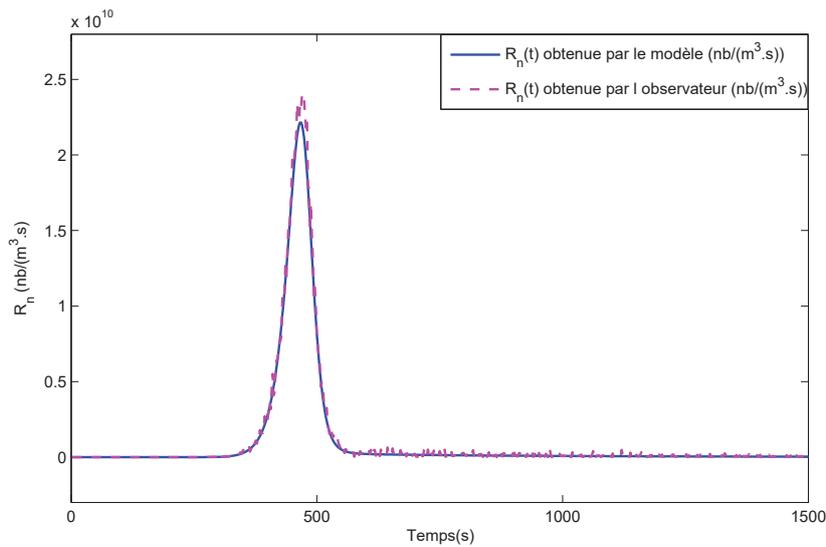


FIGURE 3.5 – Simulation de la nucléation $R_n(t)$ obtenue par le modèle (ligne continue) et celle obtenue par l’observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l’acide adipique.

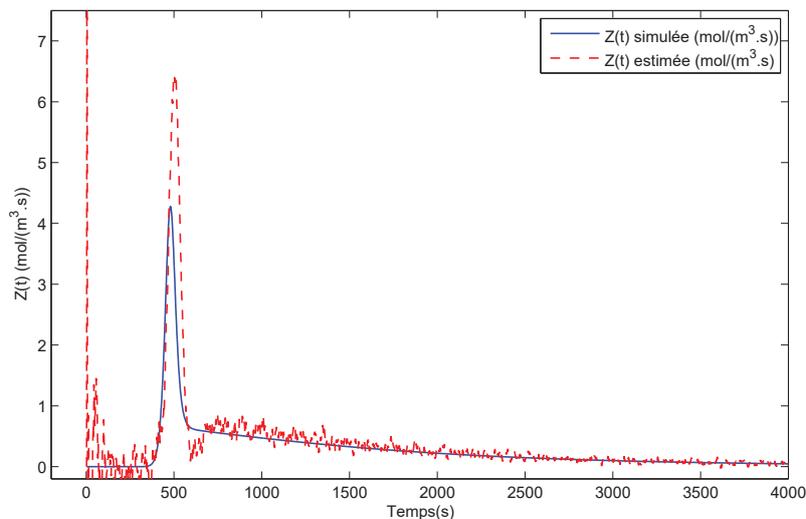


FIGURE 3.6 – $Z(t)$ simulée (ligne continue) et $Z(t)$ obtenue par l’observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l’acide adipique.

la distribution sont significatifs et permettent le calcul des caractéristiques de la distribution, tel que la taille moyenne L qu’on veut contrôler dans ce travail. Ainsi, la figure 3.8 représente les valeurs simulées et estimées μ_0, μ_1, μ_2 et μ_3 . Comme nous pouvons le voir, après l’apparition d’une nucléation primaire significative (c’est-à-dire à partir de l’instant où il est utile d’estimer la taille des particules), les moments sont bien estimés par cet estimateur à grand gain. Dans (Bakir et al. (2006)), l’estimation des premiers moments a été calculée

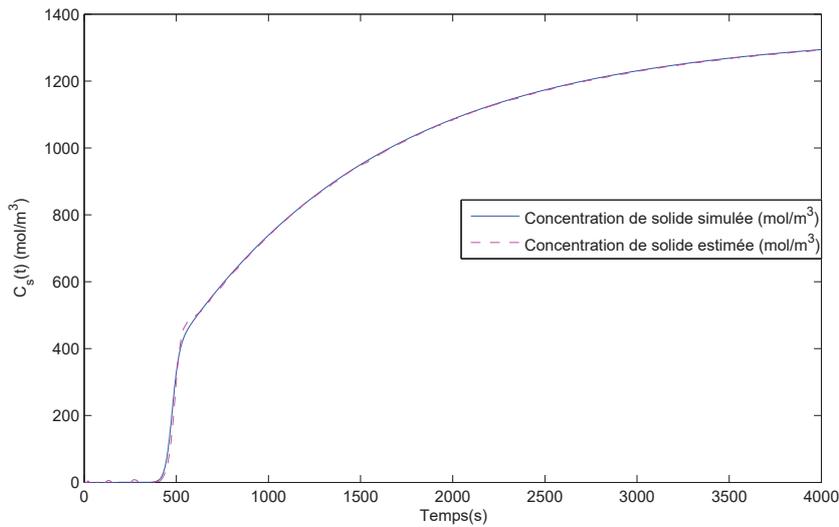


FIGURE 3.7 – Simulation de la nucléation $R_n(t)$ obtenue par le modèle (ligne continue) et celle obtenue par l’observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l’acide adipique.

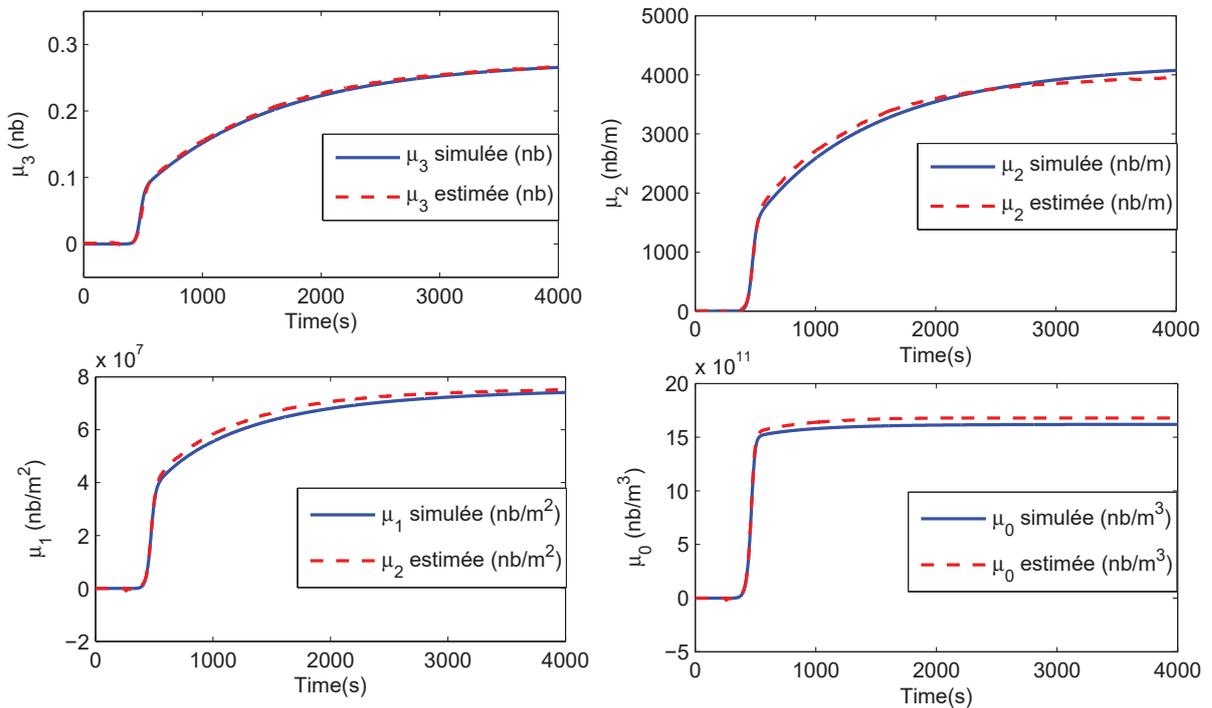


FIGURE 3.8 – Variations temporelles de μ_0 , μ_1 , μ_2 et μ_3 obtenue par le modèle (ligne continue) et celles obtenues par l’observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l’acide adipique.

algébriquement à travers l’estimation de la distribution entière des tailles de cristaux. L’estimation de ces moments semble moins précise que celle réalisée dans ce travail.

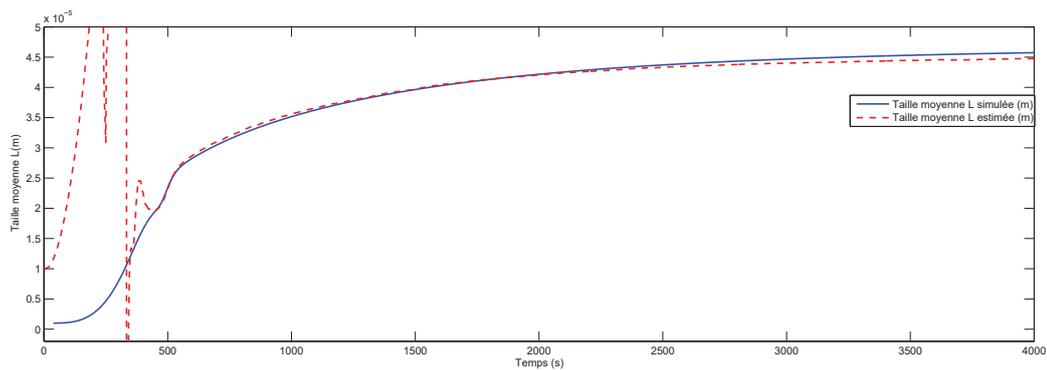


FIGURE 3.9 – Taille moyenne simulée (ligne continue) et celle obtenues par l'observateur (ligne discontinue) au cours du procédé de cristallisation sans semence en batch par refroidissement de l'acide adipique.

La figure 3.9 montre la taille moyenne des cristaux L ($L = \frac{\mu_1}{\mu_0}$). Cette figure montre une comparaison très satisfaisante entre la taille moyenne estimée et la taille moyenne simulée. Au début de la cristallisation, comme prévu, la taille moyenne est surestimée en raison de la sous-estimation initiale du nombre de particules avant la convergence de l'observateur. A la fin du procédé de cristallisation, l'incertitude relative des estimations est de l'ordre de 5%. Actuellement, même les analyseurs de particules les plus sophistiqués ne sont pas en mesure de fournir des mesures fiables de la distribution granulométrique pendant les processus de cristallisation, sauf si la suspension présente des propriétés "idéales" telles que des formes de particules sphériques, une faible concentration de solides et des distributions monomodales. La technique d'estimation de la DTC pourrait être une solution intéressante dans le cas de la disponibilité d'un modèle de processus fiable.

L'une des principales contributions de cette étude consiste à estimer les quatre premiers moments importants (décrivant les principales caractéristiques de la DTC) en utilisant les mesures disponibles et fréquentes des températures et de la concentration en soluté sans aucune hypothèse sur le volume du soluté. Les simulations montrent que la stratégie d'observation de l'état est réellement efficace pour reconstruire les évolutions temporelles de la DTC, dans la mesure où des variations significatives de la taille des particules ont lieu (c'est-à-dire lorsque la croissance des cristaux a réellement lieu). Les moments estimés pourraient être utilisés dans toute stratégie de contrôle ou de supervision en temps réel.

Pour ce travail, les moments estimés servant à déterminer la taille moyenne de la DTC. Ainsi, cet observateur est utilisé dans les différentes boucles de contrôle que nous avons utilisé et que nous allons les présenter dans le paragraphe suivant.

3.3 Contrôle

Dans cette partie, nous allons présenter les différentes structures de la commande sans modèle et les différents résultats des simulations obtenus. Une comparaison entre le PI classique et le iPI sera présentée dans un premier temps. Cette comparaison a fait l'objet d'une publication (Afsi et al. (2018)). Ensuite, la comparaison entre le iP avec l'utilisation d'un filtre pour l'estimation de F et le PI intelligent avec sliding mode (iPISM) va être présentée dans la deuxième partie (article soumis).

Dans ce travail, notre objectif est le contrôle du système pour avoir une DTC unimodale avec une taille moyenne désirée. Le modèle complet de la cristallisation en Batch considéré est issu de trois bilans (bilan de population, de matière, et d'énergie) présentés dans la section 2.1.3. Afin d'exploiter le bilan de population (Eq. (2.2)), nous avons utilisé la méthode des moments et celle des différences finies. La méthode des moments est considérée ici pour évaluer la dynamique des moments d'ordre 0 – 3 servant à déterminer la taille moyenne de la DTC ($L = \mu_1 / \mu_0$), la sortie y à contrôler. Tandis que l'utilisation de la méthode des caractéristiques, n'est que pour vérifier l'évolution de la forme de la DTC (DTC unimodal ou bimodal non désiré) en temps réel.

Concernant la variable de contrôle dans la commande sans modèle, et depuis le Bilan d'énergie (l'Eq. (2.13) et l'Eq. (2.14)), la température dans le cristalliseur T_{cr} est entièrement contrôlable par la température de l'enveloppe de refroidissement d'entrée T_{ref} (qui sera noté $T_{j,in}$ dans la suite). Ainsi, la variable T_{cr} sera d'abord utilisée comme une variable de commande pour illustrer la faisabilité de la méthode proposée (seulement pour le cas de l'iPI). Ensuite, nous allons utiliser la température du liquide de refroidissement à l'entrée de la double enveloppe $T_{j,in}$ comme variable de commande au lieu de T_{cr} pour illustrer le cas réel.

Pour des raisons physiques, la commande calculée u (T_{cr} ou $T_{j,in}$) doit respecter les contraintes suivantes :

$$10^{\circ}C \leq u \leq 50^{\circ}C, \quad (3.12)$$

$$\frac{du}{dt} \leq 40^{\circ}C/h. \quad (3.13)$$

La cristallisation industrielle en batch avec semence de l'acide adipique est choisie pour illustrer la performance de différentes techniques de contrôles proposés. L'ensemencement est aussi souvent utilisé pour obtenir un DTC unimodale. Il sert à éviter les effets néfastes des cristallisations non contrôlées non ensemencées et les changements aléatoires dans le nombre de nucléi générés spontanément, ce qui entraîne la génération d'une distribution

bimodale non désirée et alors un produit non souhaité.

La distribution initialeensemencée est considérée comme une distribution log-normale avec une taille moyenne de $10 * 10^{-6}m$:

$$f(L, 0) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp^{-\frac{(L-\mu)^2}{2\sigma^2}} \quad (3.14)$$

Les paramètres utilisés dans la simulation sont donnés dans le tableau 2.1.

3.3.1 PI intelligent appliqué au procédé de cristallisation en batch

3.3.1.1 PID classique

Le régulateur PID ou correcteur PID ”**Proportionnel Intégral Dérivé** ” est le régulateur le plus largement utilisé dans le contrôle industriel étant l’approche la plus intuitive et la plus simple à embarquer sur un processeur (Åström et al. (2006)), (Visioli (2006)), (Dantas et al. (2018)), (Oravec et al. (2018)).

Le principe de la commande PID consiste à délivrer un signal de commande à partir de la différence entre la mesure et la consigne. Il comporte trois actions qui dépendent de cette erreur :

- Action **proportionnelle** : l’erreur est multipliée par un gain proportionnel K_P .
- Action **intégrale** : l’erreur est intégrée et multipliée par un gain intégral K_I .
- Action **dérivée** : l’erreur est dérivée et multipliée par un gain dérivé K_D .

Il existe plusieurs architectures possibles pour combiner les trois effets (série, parallèle ou mixte). La figure 3.10 présente une architecture parallèle : l’action du correcteur PID parallèle exprimée dans le domaine de Laplace sous la forme d’une fonction de transfert entre

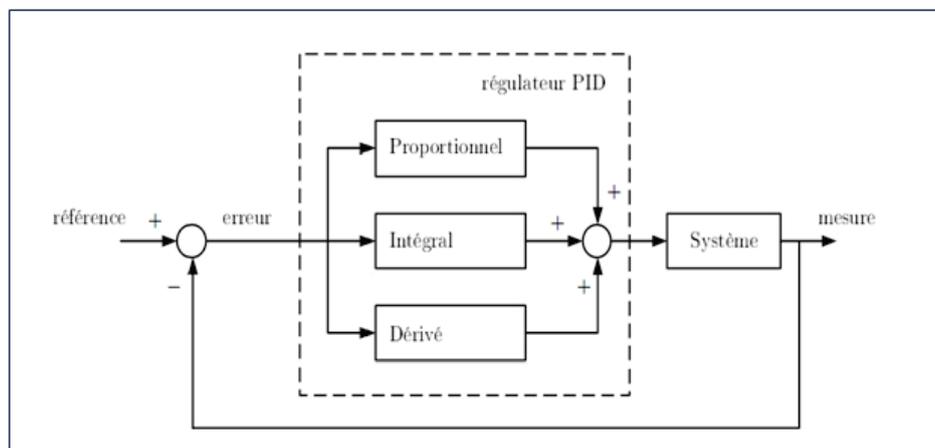


FIGURE 3.10 – Principe de la commande par PID.

Paramètre	Temps de montée	Temps de stabilisation	Dépassement	Erreur statique
k_P	diminue	augmente	augmente	diminue
k_I	diminue	augmente	augmente	diminue
k_D	–	diminue	diminue	–

Tableau 3.2 – Effet des paramètres du PID sur le comportement du système en boucle fermée

l’erreur $E(s)$ et le signal de commande $U(s)$ est la somme des trois actions :

$$H_{PID}(s) = \frac{U(s)}{E(s)} = K_P + \frac{K_I}{s} + K_D s \quad (3.15)$$

Bien que l’analyse d’un système piloté avec un régulateur PID soit simple, la conception peut être difficile, car il n’existe pas de méthode unique pour déterminer les gains intervenant dans le cas du processus non linéaire. Il faut réaliser des compromis entre durée du régime transitoire, dépassement, erreur statique, stabilité et robustesse.

Le tableau. 3.2 indique le comportement de la boucle fermée lorsque les paramètres augmentent indépendamment les uns des autres, à partir duquel nous faisons le réglage des paramètres.

3.3.1.2 PI intelligent

L’application du régulateur *intelligent proportionnel-intgral* (l’Eq. (1.83)) dans le cas du procédé de cristallisation avec $y = L$ et $y^* = L^*$ donne :

$$u(k) = - \frac{[F(k)]_{est} - \dot{L}^*(k) + k_P e(k) + k_I \int e(k)}{\alpha} \quad (3.16)$$

$F(k)$ est estimé à partir de la connaissance de u et L à chaque instant k en utilisant l’équation suivante :

$$F(k) = \left. \frac{dL}{dt} \right|_{k-1} - \alpha u_{k-1}, \quad (3.17)$$

La structure de contrôle nécessite la taille moyenne des cristaux L , qui est supposée être mesurée dans cette partie. Mais dans la pratique, la mesure de L nécessite des capteurs précis et donc coûteux. Un observateur, basé sur le modèle physique, pourrait être utilisé pour estimer μ_0 et μ_1 (Eq. (2.36)) et pour déduire la valeur L (c’est le rapport μ_1 sur μ_0). L’intégration de l’observateur dans la boucle de contrôle donne le schéma bloc de la figure 3.11.

La commande iPI est appliquée tout d’abord pour obtenir une DTC unimodal avec une taille moyenne de $60 * 10^{-6}m$, en utilisant la température dans le cristalliseur T_{cr} comme

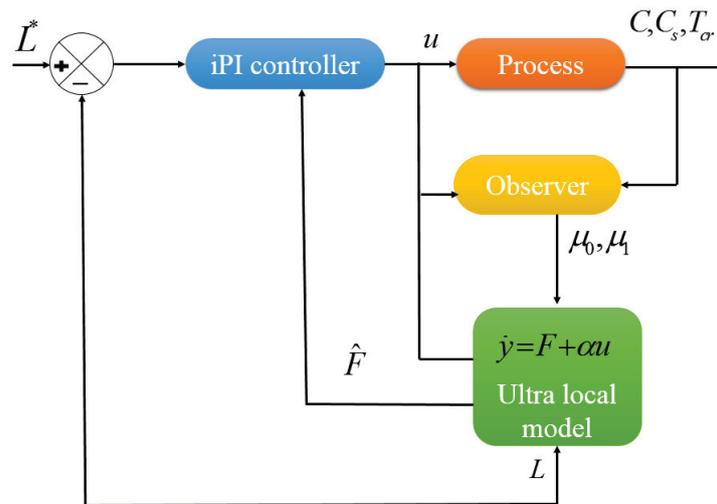


FIGURE 3.11 – Schéma bloc de la commande sans modèle avec un PI intelligent et un observateur.

une variable de commande. Afin d'illustrer la performance de la méthode utilisée, un test avec des mesures bruitées a été réalisé pour obtenir une DTC avec une autre taille moyenne de $50 \cdot 10^{-6} m$. Ensuite et pour illustrer le cas réel, nous allons utiliser la température de l'enveloppe de refroidissement à l'entrée $T_{j,in}$ comme variable de commande au lieu de la température du cristalliseur T_{cr} . La capacité de cette commande face à une perturbation soudaine est également étudiée, ainsi qu'une comparaison avec le contrôleur PI classique.

3.3.1.3 Résultats de simulations

Figure. 3.12a et figure 3.12b montrent respectivement le profil de la température dans le cristalliseur déterminé par l'iPI et l'évolution de la sursaturation en fonction du temps au cours du processus de cristallisation ensemencé.

La figure 3.13 illustre les taux de nucléation et de croissance obtenus par cette stratégie de refroidissement.

Les résultats de la simulation montrent qu'au début de la simulation, la solution est refroidie progressivement en diminuant la température du cristalliseur. Ainsi, la sursaturation augmente et seul le taux de croissance a lieu pour consommer cette sursaturation afin d'obtenir de plus gros cristaux. À 315s, le pic de sursaturation provoque un fort taux de croissance, comme le montre figure 3.13c, ce qui implique que la sursaturation est consommée en grande partie pour la croissance des cristaux qui existent. Le pic de nucléation primaire très faible à 315s ($8.22 \cdot 10^{-11}$) (voir figure 3.13a) est prévue car le mode avec ensemencement sert à éviter l'apparition indésirable de germes spontanés par une nucléation primaire qui peut conduire à une DTC bimodale non désirée.

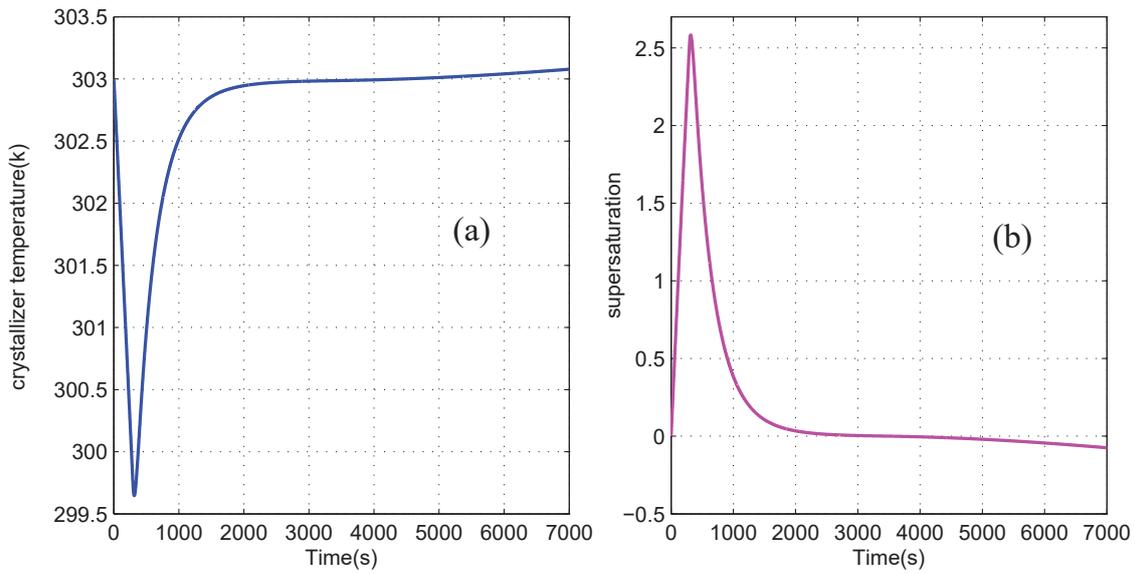


FIGURE 3.12 – (a) : Températures dans le cristalliseur, (b) : profile de la sursaturation.

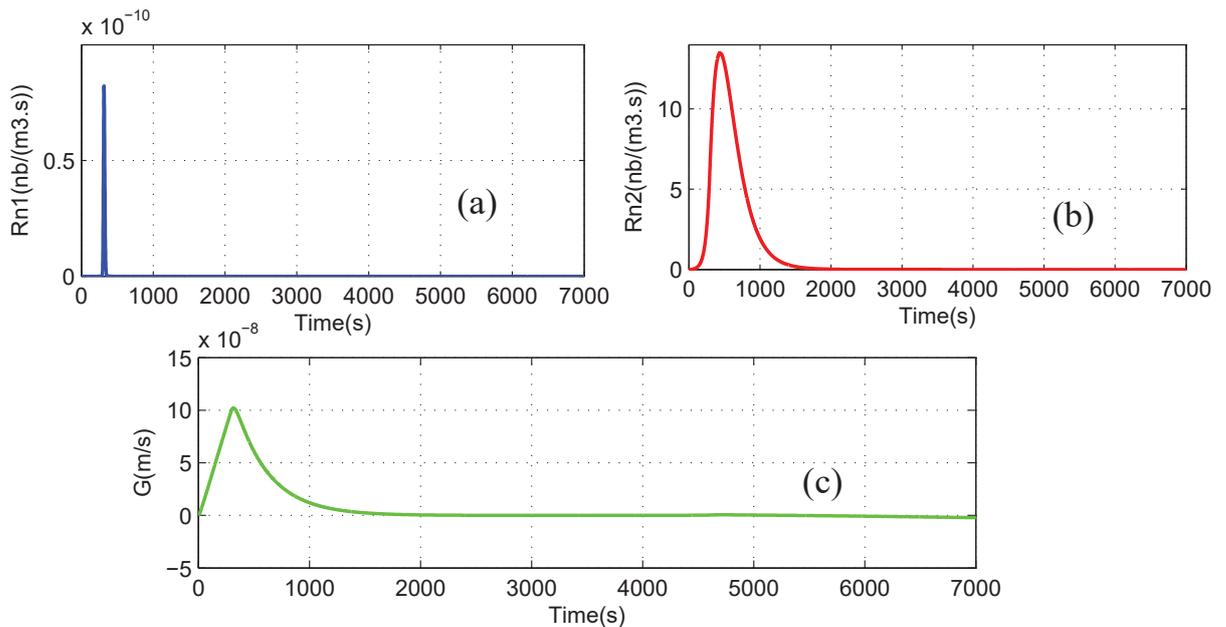


FIGURE 3.13 – (a) : La nucléation primaire, (b) : la nucléation secondaire, (c) : la croissance .

La croissance de la distributionensemencée fait apparaître une nucléation secondaire qui dépend de la sursaturation et de la concentration en solides. Donc il y a une deuxième distribution qui augmente au même temps que la distribution des semences (distribution bimodale). Mais, en comparant les deux maximums de ces deux distributions, il est évident que la deuxième distribution (générée par R_{n2} avec un maximum de $14\text{nb}/(\text{m}^3 \cdot \text{s})$) est négligeable par rapport à celle des semences (maximale de $10^{12}\text{nb}/(\text{m}^3 \cdot \text{s})$).

Après 434s, la température du cristalliseur augmente, donc la nucléation secondaire dimi-

nue, ce qui évite la génération d'une DTC bimodale.

La figure 3.14 représente les quatre moments de μ_0 , μ_1 , μ_2 et μ_3 . Les μ_0 et μ_1 sont nécessaires pour calculer la taille moyenne des particules données à la figure 3.15a.

Après environ 3000s, la taille moyenne des cristaux atteint la valeur moyenne désirée (voir figure 3.15a) et la température du cristalliseur est maintenue constante à 303K.

Après les premières 4800s, la taille moyenne des cristaux continue de croître très lentement. Le contrôleur iPI réagit donc pour maintenir la taille moyenne des cristaux à la valeur sou-

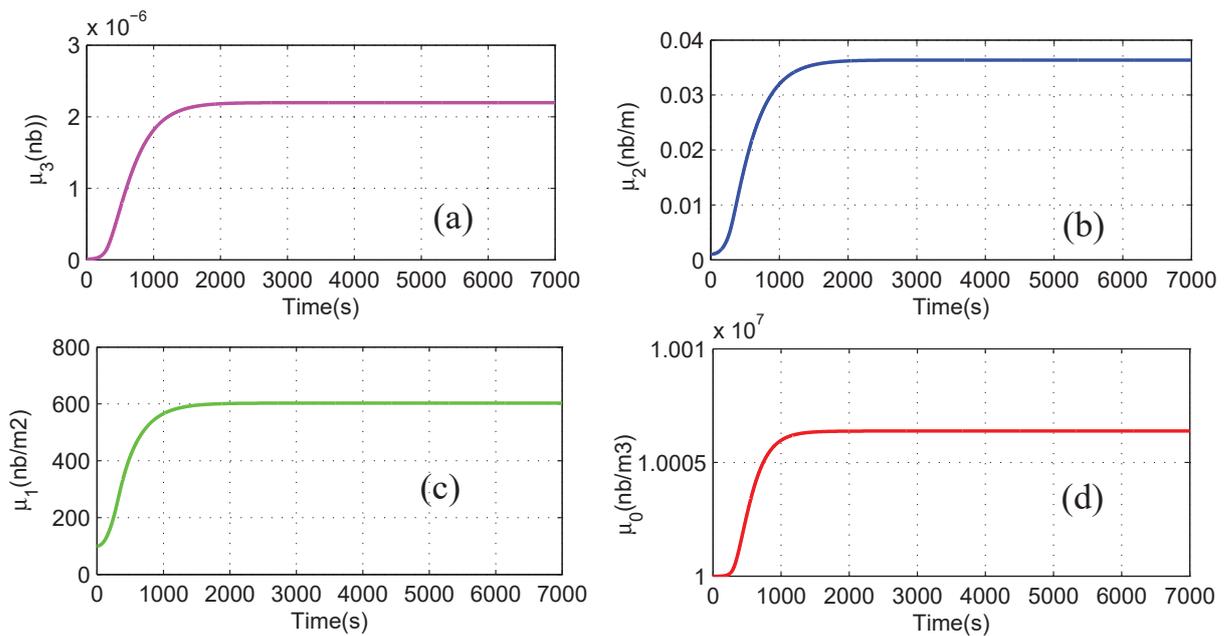


FIGURE 3.14 – Simulation des variations temporelles de μ_0 , μ_1 , μ_2 et μ_3 .

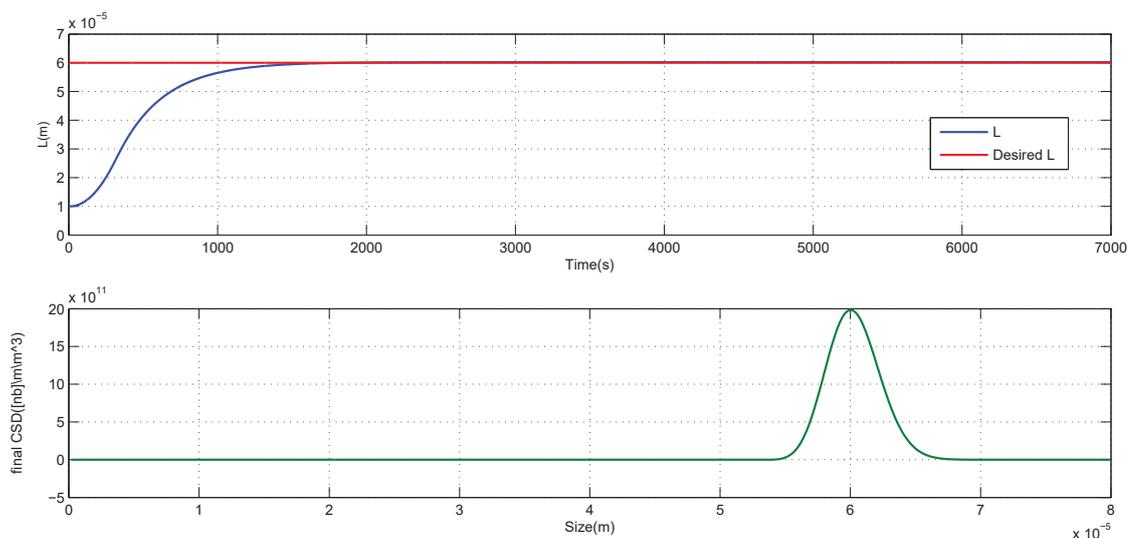


FIGURE 3.15 – (a) : Variations temporelles de la taille moyenne L , (b) : la DTC à la fin de la procédure batch.

haitée, en augmentant la température du cristalliseur (voir figure 3.12a). C'est le processus de dissolution qui se produit à la place de $R_n(t)$ et $G(t)$. Ce comportement se produit dans la région sous-saturée ($C(t) < C(t) < C_{sat}(t)$), c'est pourquoi la valeur de sursaturation est devenue négative (voir figure 3.12b après 4800s). Ceci indique la capacité du contrôleur iPI à manipuler la température du cristalliseur afin de permettre la commutation entre la génération et la croissance du cristal ($R_n(t)$ et $G(t)$) (Eq. (2.15), Eq. (2.16) et Eq. (2.18)) et la phase de dissolution (Eq. (2.22)) pour maintenir la taille moyenne du cristal à la valeur désirée.

La figure 3.15b présente la DTC unimodale à la fin du processus de cristallisation avec la taille moyenne arithmétique souhaitée de $60 * 10^{-6}m$.

La représentation tridimensionnelle de la DTC unimodale obtenue par la stratégie proposée est présentée à la figure 3.16.

La performance du contrôle proposé est illustrée par une simulation à la figure 3.17 en utilisant une mesure bruitée avec une autre taille moyenne souhaitée de $50 * 10^{-6}m$. Un bruit gaussien avec une moyenne nulle est ajouté à la mesure, le contrôleur iPI parvient à suivre avec succès la taille moyenne arithmétique souhaitée.

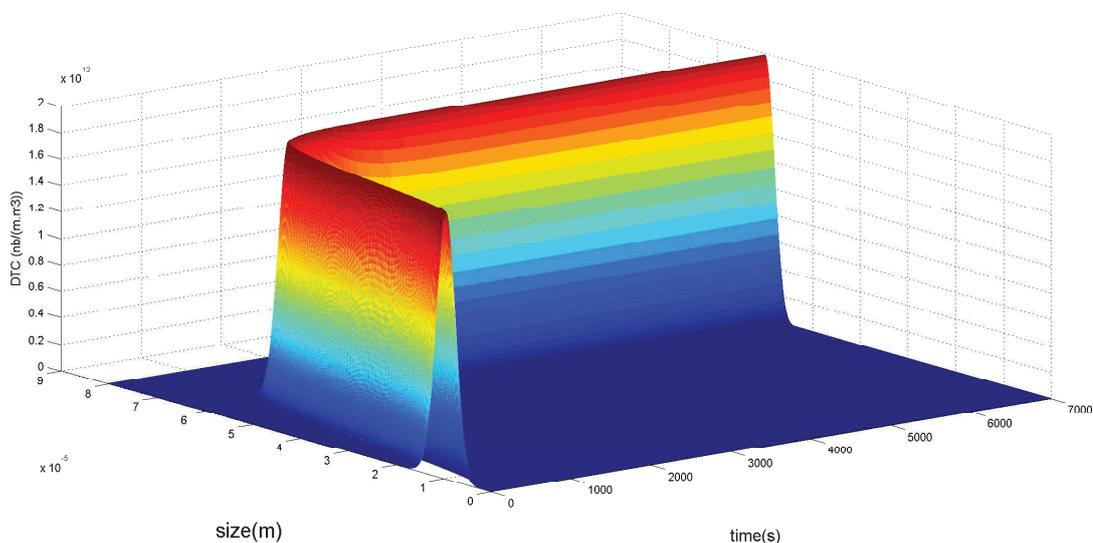


FIGURE 3.16 – Représentation tridimensionnel de la densité des nombres.

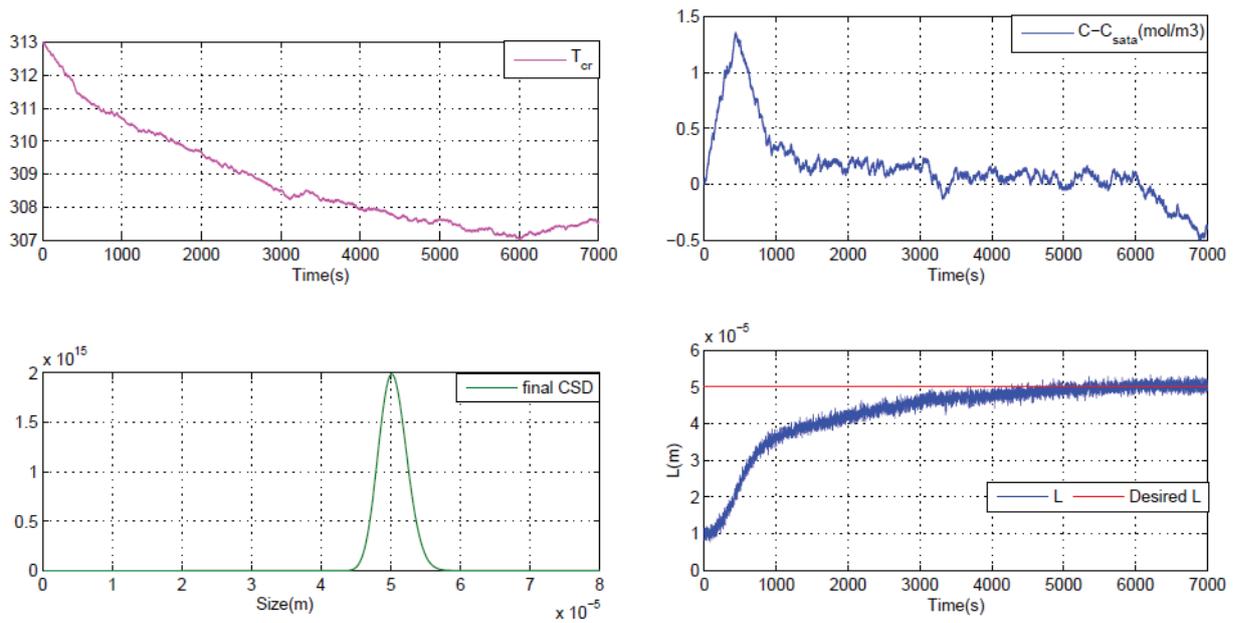


FIGURE 3.17 – (a) Température du cristalliseur T_{cr} avec bruit de mesure, (b) Profil de sursaturation, (c) la DTC à la fin de la procédure batch, (d) les variations temporelles de la taille moyenne L .

Maintenant, pour tester la performance de la méthode utilisée, il est supposé qu’après 1000s de l’atteinte de la sortie désirée, deux perturbations surviennent pour une autre taille moyenne souhaitée de $40 \cdot 10^{-6}m$ (figure 3.18).

La première perturbation consiste en une baisse de la température (de $303K$ à $301,9K$)

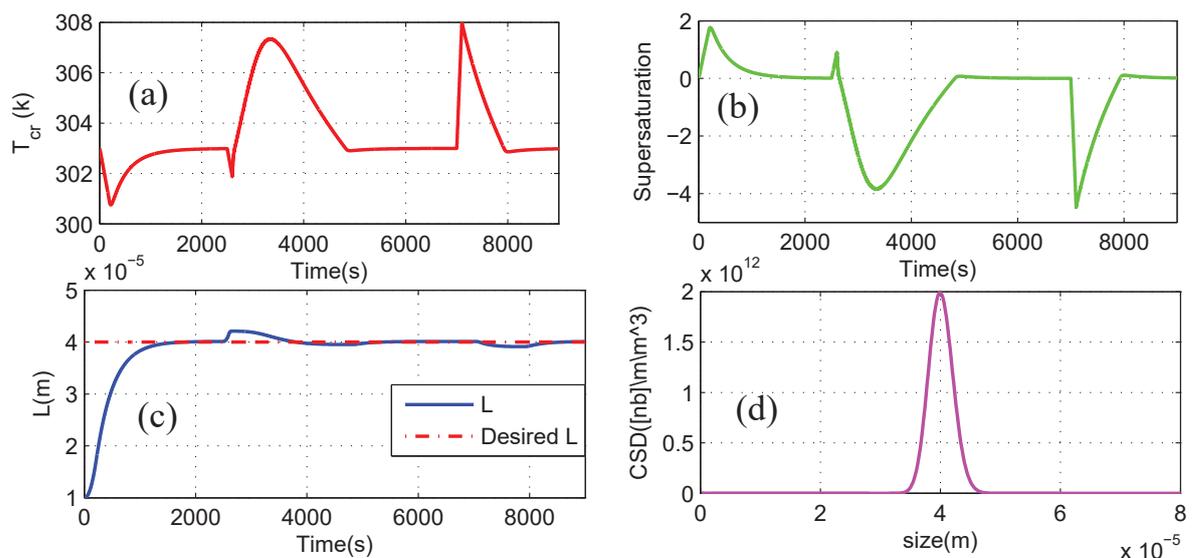


FIGURE 3.18 – a) Température de cristallisation T_{cr} dans le cas de la perturbation, b) profil de sursaturation, c) les variations temporelles de la taille moyenne numérique des cristaux, d) la DTC à la fin de la simulation.

pendant 100s. Comme le montre la figure 3.18, après la chute inattendue de la température (après 2500s), la taille moyenne des cristaux dépasse la valeur souhaitée. Le contrôleur iPI réagit afin de compenser cet écart en augmentant la température du cristalliseur pour dissoudre les gros cristaux (le processus de dissolution) et réduire la taille moyenne des cristaux jusqu'à la valeur souhaitée à 5359s.

La deuxième perturbation est introduite à 7000s, où T_{cr} augmente soudainement de $303K$ à $307,8K$ pendant 100s.

Le contrôleur iPI réussit à amener la sortie à la valeur souhaitée. La DTC unimodale finale avec une taille de cristal moyenne désirée de $40 \cdot 10^{-6}m$ est montrée à la figure 3.18d.

Pour illustrer le cas réel, considérons maintenant la température de l'enveloppe de refroidissement à l'entrée $T_{j,in}$ comme variable de contrôle au lieu de la température du cristalliseur. La figure 3.19a montre les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} , T_j et $T_{j,in}$) déterminés par le contrôle sans modèle et son iPI correspondant. Les profils de température du cristalliseur T_{cr} et de la double enveloppe T_j sont généralement similaires au profil de température du liquide de refroidissement à l'entrée de la double enveloppe (voir l'équation du bilan thermique (Eq. (2.13) et Eq. (2.14)).

Au début du processus batch, le contrôleur iPI diminue $T_{j,in}$ afin d'augmenter les niveaux de sursaturation (voir figure 3.20). Le taux de croissance, le phénomène dominant, a lieu pour consommer cette sursaturation et donc, la taille moyenne des cristaux atteint la valeur désirée après environ 4000s (voir figure 3.21).

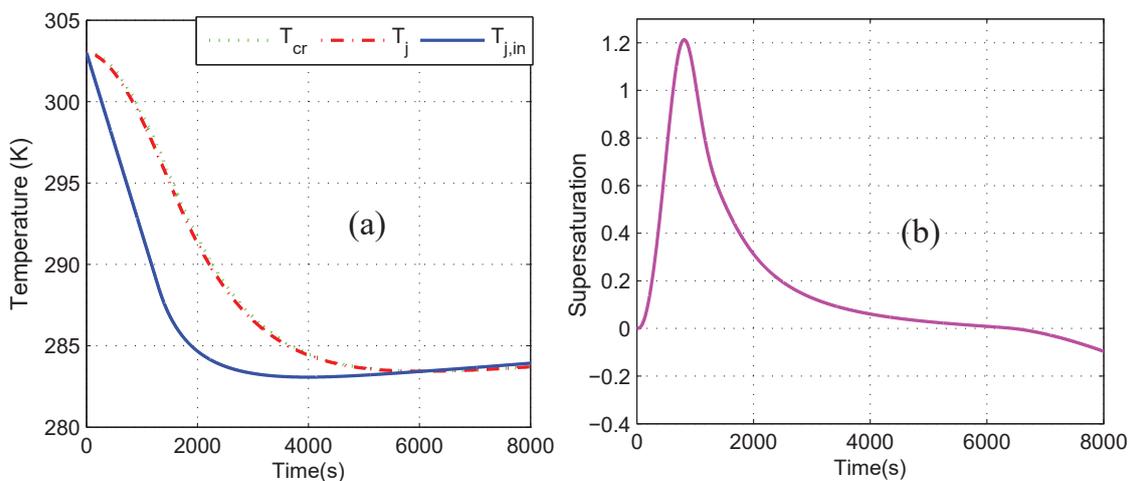


FIGURE 3.19 – a) : Les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} : pointillé; T_j : solide; $T_{j,in}$: dashdot), b) : le profil de sursaturation.

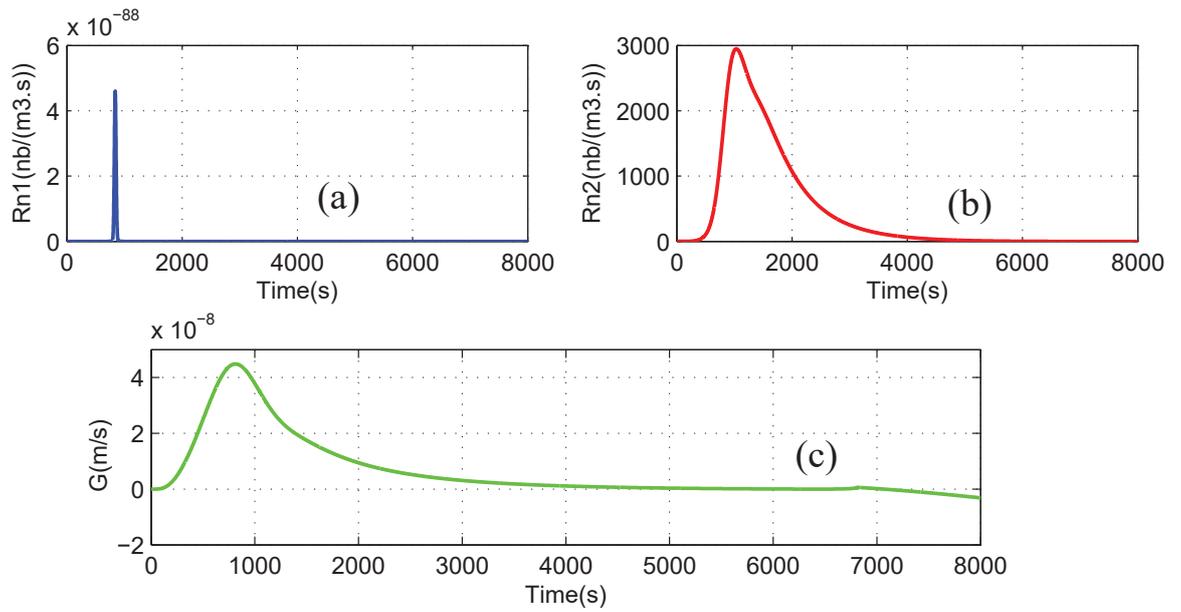


FIGURE 3.20 – (a) : La nucléation primaire, (b) : la nucléation secondaire, (c) : la croissance .

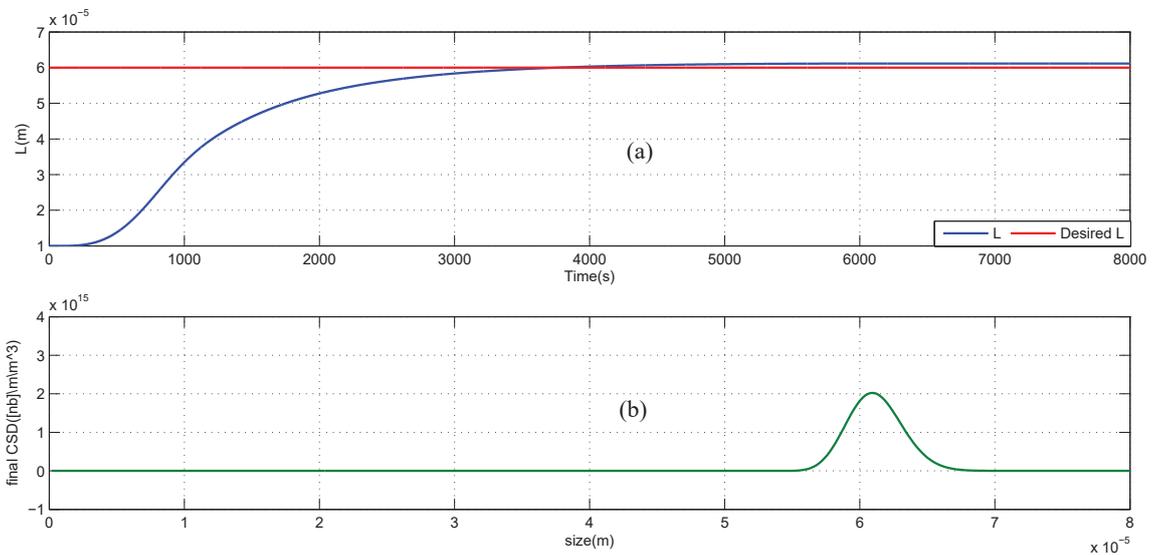


FIGURE 3.21 – (a) : Variations temporelles de la taille moyenne L , (b) : la DTC à la fin de la procédure batch.

A 4280, lorsque la taille moyenne des cristaux dépasse la valeur souhaitée, l'iPI compense cet écart en augmentant la température $T_{j,in}$ pour dissoudre le gros cristal et réduire la taille moyenne des cristaux jusqu'à la valeur souhaitée (le processus de dissolution).

La figure 3.22 montre que le contrôleur iPI est capable de suivre avec succès la taille moyenne arithmétique souhaitée même en présence de bruit.

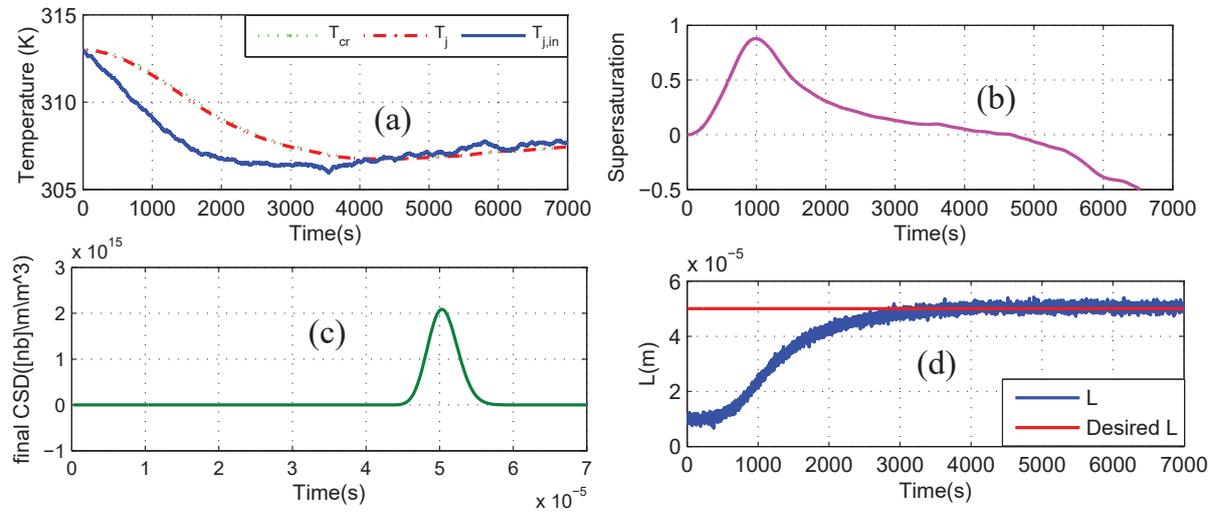


FIGURE 3.22 – (a) Les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} : pointillé; T_j : solide; $T_{j,in}$: dashdot) avec bruit de mesure, (b) Profil de sursaturation, (c) la DTC à la fin de la procédure batch, (d) les variations temporelles de la taille moyenne L .

La performance de la méthode proposée est illustrée par simulation à la figure 3.23. Supposons qu'il y a une chute de température pendant 100 secondes, après avoir atteint la sortie désirée pendant quelques milliers de secondes. Lorsque la taille moyenne des cristaux dépasse la valeur souhaitée après la perturbation (à 3400s), le contrôleur iPI réagit afin de compenser cet écart en augmentant la température du cristalliseur pour dissoudre les cristaux de grande taille.

Pour la comparaison, le régulateur PI classique a été utilisé :

$$u(t) = K_p(L^* - L) + k_I \int (L^* - L)dt. \quad (3.18)$$

La comparaison entre l'iPI et le contrôleur classique PI est illustrée dans les figures ci-dessous, où la taille moyenne des cristaux doit atteindre la taille souhaitée de $60 \times 10^{-6}m$. La figure 3.24 montre les profils des différentes températures dans le réacteur (T_{cr} , T_j et $T_{j,in}$), le profil de sursaturation, les variations temporelles de la taille moyenne des cristaux et le DTC à la fin du processus batch obtenues par les deux contrôleurs. Lorsque le processus de cristallisation en batch est contrôlé par l'iPI, la taille moyenne des cristaux atteint la valeur souhaitée après environ 3500s. A 5250s, lorsque la taille moyenne des cristaux dépasse la valeur souhaitée, l'iPI compense cet écart en augmentant la température $T_{j,in}$ pour dissoudre le gros cristal et réduire la taille moyenne des cristaux jusqu'à la valeur souhaitée (le processus de dissolution). Cependant, dans le cas d'un régulateur PI classique, la taille moyenne des cristaux atteint la valeur souhaitée au bout de 3000s. Et, après environ 1000s, la taille moyenne des cristaux dépasse la valeur désirée, mais le PI ne peut pas compenser cet écart en raison de la non-linéarité et du modèle mathématique complexe du procédé (l'entrée augmente au lieu de diminuer pour dissoudre le gros cristal).

La figure 3.25 montre que l'iPI fournit de bons résultats même si la sortie mesurée est corrompue par le bruit. Cela démontre l'efficacité du contrôleur iPI par rapport à le PI classique. La capacité du contrôleur iPI à rejeter les perturbations est montrée par simulation dans la

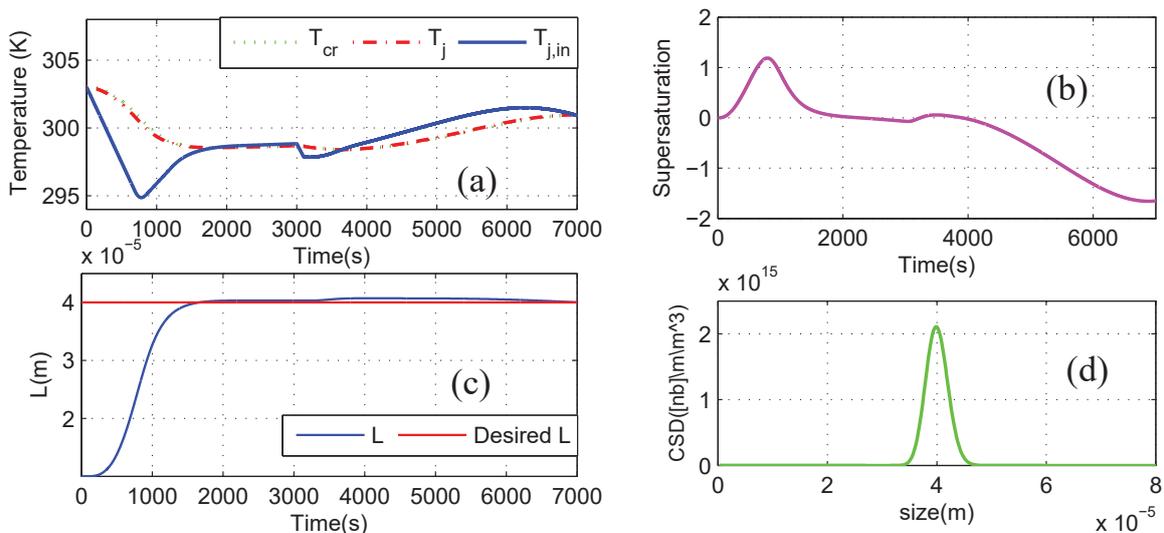


FIGURE 3.23 – a) Les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} : pointillé; T_j : solide; $T_{j,in}$: dashdot) dans le cas de la perturbation, b) profil de sursaturation, c) les variations temporelles de la taille moyenne numérique des cristaux, d) la DTC à la fin de la simulation.

figure 3.26.

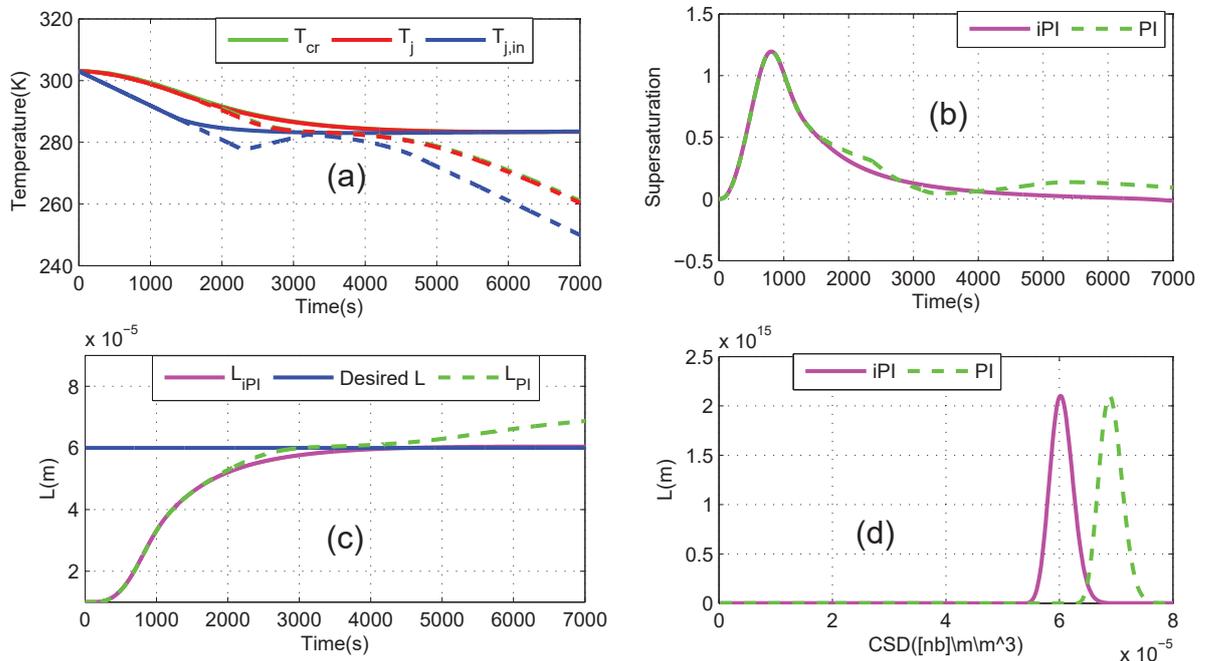


FIGURE 3.24 – a) Les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} : pointillé; T_j : solide; $T_{j,in}$: dashdot), b) profil de sursaturation, c) les variations temporelles de la taille moyenne numérique des cristaux, d) la DTC à la fin de la simulation.

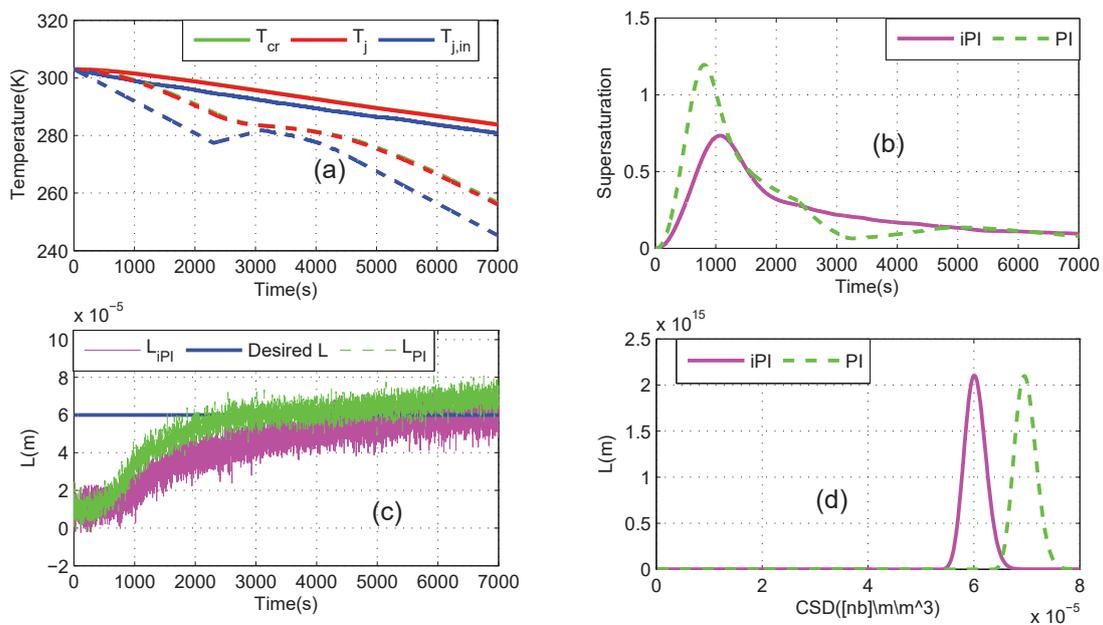


FIGURE 3.25 – a) Les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} ; T_j et $T_{j,in}$), b) profil de sursaturation, c) les variations temporelles de la taille moyenne numérique des cristaux, d) la DTC à la fin de la simulation avec bruit de mesure (iPI : solide; PI : pointillé).

Nous supposons qu'il y aura une chute de température pendant 100 secondes, après 3600s. Lorsque la taille moyenne des cristaux dépasse la valeur souhaitée après la perturbation (à 3600s), le contrôleur iPI réagit afin de compenser cet écart en augmentant la température du cristalliseur pour dissoudre les gros cristaux. Cependant, le contrôleur PI ne peut pas compenser cet écart et la taille moyenne des cristaux dépasse la valeur souhaitée. L'avantage de l'iPI aussi est l'utilisation des mêmes gains k_P et k_I même si l'on change la taille moyenne souhaitée du cristal, ce qui n'est pas le cas pour les paramètres des PI classiques.

3.3.2 Comparaison entre le P intelligent avec un filtre et le PI intelligent avec mode glissant

3.3.2.1 Rappel de l'expression de la commande

- P intelligent avec un filtre

En se basant sur l'Eq. (1.85), où nous utilisons seulement un contrôleur proportionnel intelligent avec $y = L$ (taille moyenne des cristaux) et $y^* = L^*$, nous avons :

$$u(k) = -\frac{[F(k)]_{est} - \dot{L}^*(k) + k_P e(k)}{\alpha} \quad (3.19)$$

La dérivée de L dans Eq. (3.19), \dot{L} , est estimée numériquement à l'aide d'une dérivée de

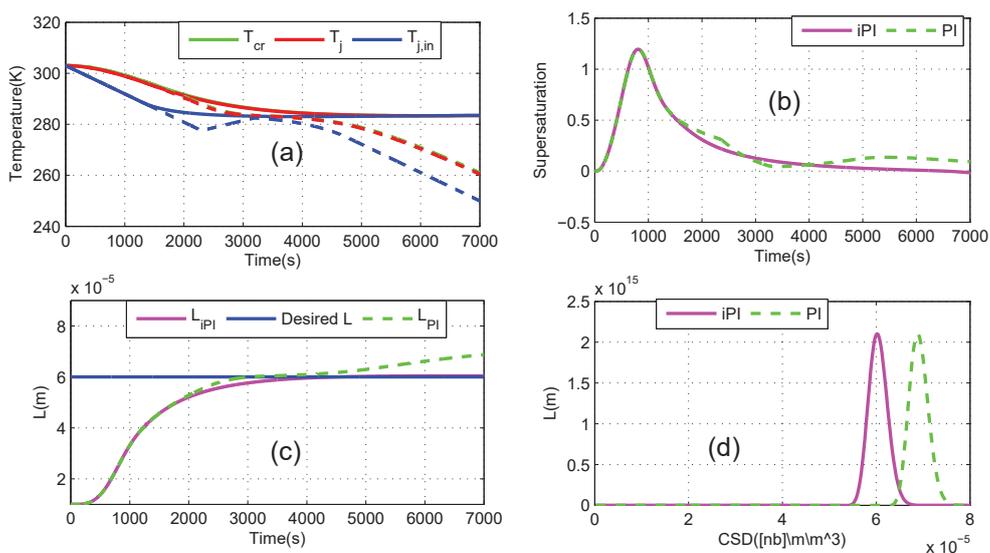


FIGURE 3.26 – a) Les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} ; T_j et $T_{j,in}$), b) profil de sursaturation, c) les variations temporelles de la taille moyenne numérique des cristaux, d) la DTC à la fin de la simulation dans le cas de la perturbation (iPI : solide ; PI : pointillé).

premier ordre plus un filtre passe-bas dont la fonction de transfert est décrite ci-dessous :

$$H_{filter} = \frac{K_{filter}s}{1 + T_{filter}s} \quad (3.20)$$

La structure de contrôle nécessite la taille moyenne des cristaux L , qui est supposée être mesurée dans cette partie aussi. Comme déjà mentionné ci-dessus, en pratique, il faut un observateur pour estimer μ_0 et μ_1 afin de déduire la valeur L . L'intégration de l'observateur dans la boucle de contrôle donne le schéma bloc de la figure 3.27.

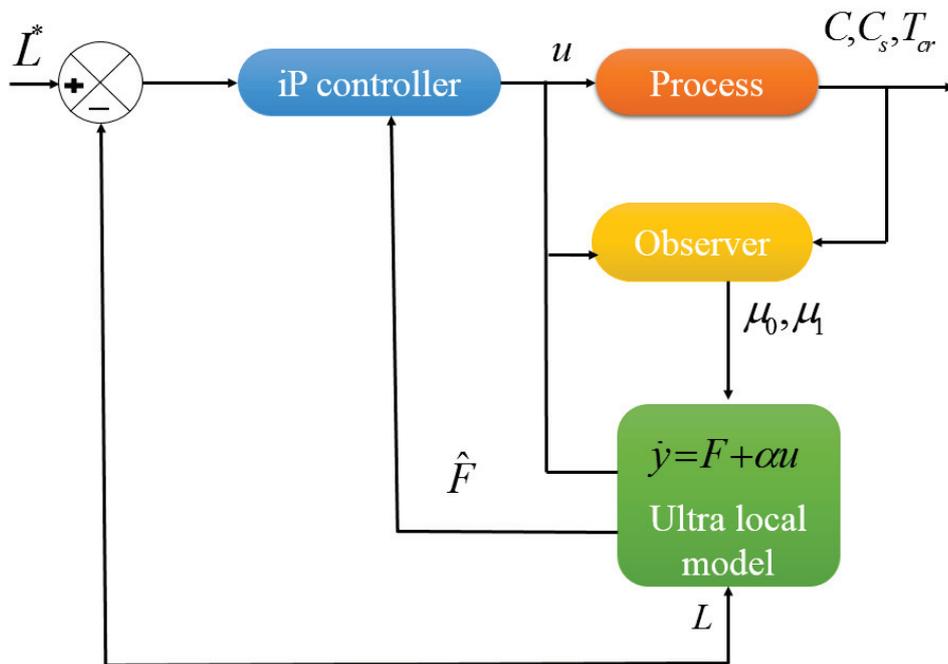


FIGURE 3.27 – Schéma bloc de la commande sans modèle avec un P intelligent et un observateur.

- **PI intelligent avec mode glissant**

Pour $y = L$, l'expression d'entrée Eq. (3.21) devient :

$$u = \frac{1}{\alpha} \left(- [F(k)]_{est} + \dot{L}^* - \frac{e(k)}{T} - E - \frac{\eta}{\alpha T} \text{sat}(\sigma(k), \epsilon) \right) \quad (3.21)$$

L'intégration de l'observateur dans la boucle de contrôle (figure 1.6) donne le schéma bloc de la figure 3.28.

3.3.2.2 Résultats de simulations

La taille moyenne souhaitée L^* est de $60 * 10^{-6}m$. Ici, la trajectoire de référence considérée est la réponse d'un système de deuxième ordre à un échelon.

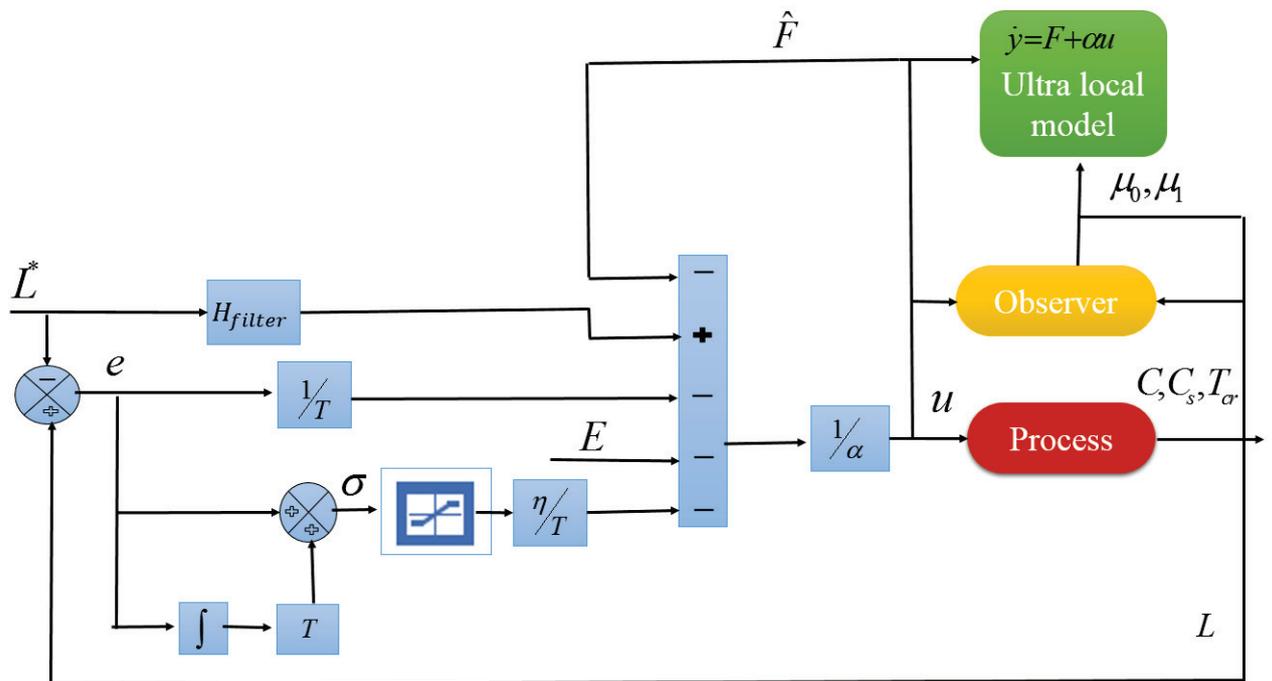


FIGURE 3.28 – Schéma bloc de la commande iPISMIC avec observateur.

Pour comparer l'iP et l'iPISMIC, quatre différents scénarios ont été étudiés. Pour le premier scénario, les deux lois de contrôle sont comparées sans qu'aucune perturbation ou mesure bruitée ne soit considérée. Pour le second scénario, le cas où des perturbations soudaines se produisent est évoqué. Le troisième scénario compare les performances des deux contrôles proposés par rapport à la sensibilité aux paramètres. Pour le quatrième scénario, les performances de deux structures de la commande sans modèle sont comparées en utilisant des mesures bruitées.

- **Premier scénario**

La figure 3.29 illustre la comparaison entre le contrôleur iP (ligne complète) et le contrôleur iPISMIC (ligne pointillée). Dans cette figure, les différents profils de températures du réacteur (T_{cr} , T_j et $T_{j,in}$), le profil de la sursaturation, les variations temporelles du nombre moyen de cristaux et la DTC à la fin du processus batch des deux contrôleurs sont représentés.

Pendant environ 37 min, en utilisant les deux contrôleurs, les courbes de la taille moyenne des cristaux sont au dessous de la référence mais elles sont proches de celle-ci sans toutefois atteindre cette trajectoire souhaitée (figure 3.29c). Nous pouvons constater que la sortie donnée par l'iP est un peu plus proche de la référence que celle de l'iPISMIC. Ensuite, pendant 5 min, l'iPISMIC se rapproche un peu plus de la référence que l'iP, mais elle est toujours inférieure à la référence. Après cela, et pendant 10 min, les deux tailles moyennes de cristaux

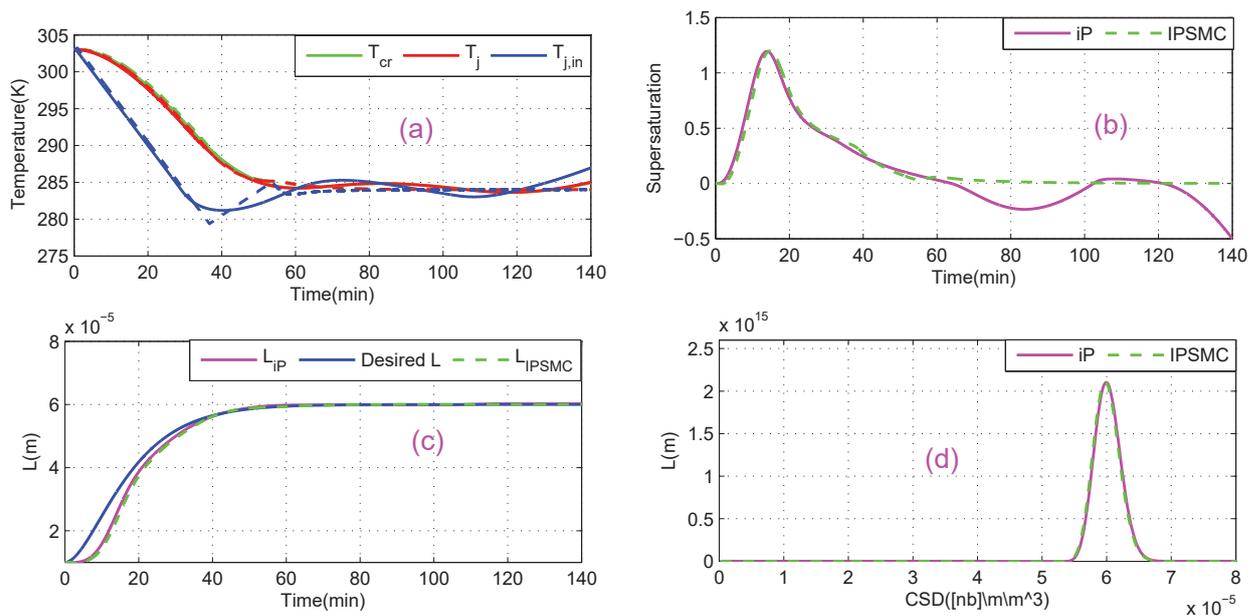


FIGURE 3.29 – (a) : Températures dans le cristalliseur, (b) : profil de la sursaturation, (c) : taille moyenne de cristal et (d) : la DCT à la fin du batch process. (iP : ligne continue ; $iPISM$: ligne pointillée) pour le premier scénario.

données par chaque contrôleur dépassent la courbe de référence. L' $iPISM$ permet d'atteindre la courbe de référence vers 55 min sans aucune erreur. Alors que l' iP peut atteindre cet objectif qu'après 15 min plus tard (70 min) avec un petit écart par rapport à L^* .

Cette différence est due aux différences entre les profils de température (figure 3.29a). Nous voyons que $T_{j,in}$ qui résulte de par l' iP diminue un peu plus vite que celle donnée par l' $iPISM$, pendant environ 32 min. Ceci afin d'augmenter le niveau de sursaturation (figure 3.29b), qui est la force motrice responsable de la génération des phénomènes cinétiques de la figure 3.30. Dans le cas des deux contrôleurs, et après environ 14 min, le pic de sursaturation conduit à un taux de croissance élevé, comme le montre la figure 3.30d, ce qui signifie que la majorité de la sursaturation est absorbée par les cristaux existants pour croître. Le taux de croissance dans le cas de l' iP est un peu plus élevé que celui de l' $iPISM$. Cela explique pourquoi le résultat donné par l' iP est un peu plus proche de la référence par rapport à $iPISM$.

Comme prévu dans le cas du mode par ensemencement, le taux de nucléation primaire est négligeable (voir figure 3.30a). Cela permet d'éviter la génération de germes spontanés indésirables (qui pourraient conduire à la formation d'une DTC bimodale). En raison de la croissance de la distribution des semences, la nucléation secondaire qui dépend à la fois de la sursaturation et de la concentration des solides se produit. Les pics de R_{n2} (à 17 min), sont

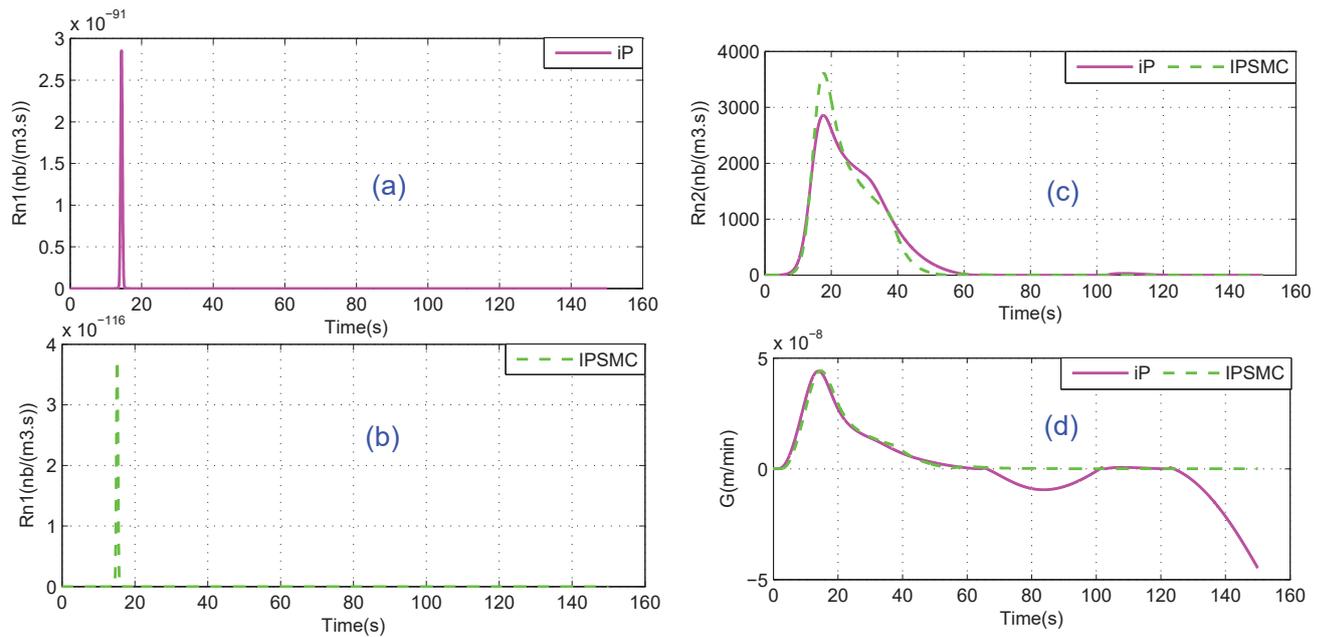


FIGURE 3.30 – (a) : La nucléation primaire, (b) : la nucléation secondaire, (c) : la croissance (iP : ligne continue ; iPSMC : ligne pointillée) pour le premier scénario.

3599 $nb/(m^3 \cdot min)$ (iP) et 2795 $nb/(m^3 \cdot min)$ (iPSMC), ce qui signifie qu'en même temps que la distribution des semences croît, une seconde distribution va aussi croître (distribution bimodale). Néanmoins, si nous comparons les deux maximums de ces deux distributions, nous constatons que la deuxième distribution qui a un maximum de 3599 $nb/(m^3 \cdot min)$ (iP) (2795 $nb/(m^3 \cdot min)$ (iPSMC)), est négligeable comparé au maximum de la distribution en semence de $2.104 \times 10^{15} nb/(m^3 \cdot min)$) (figure 3.29d). Après 17 min, les supersaturations (iP et iPSMC) diminuent (figure 3.29b), donc les nucléations secondaires diminuent, et ainsi la génération d'un DTC bimodal est évitée.

De 32 min à 37 min, $T_{j,in}$ donnée par l'iPSMC diminue plus rapidement que l'iP. Ainsi, le niveau de sursaturation donné par l'iPSMC est légèrement supérieur à celui de l'iP et au taux de croissance. C'est pourquoi, la courbe iPSMC est un peu plus proche de la référence par rapport à l'iP.

A environ 39 min, les courbes de taille moyenne des cristaux (iP et iPSMC) dépassent la valeur désirée. Pour compenser cet écart, les deux régulateurs augmentent la température du liquide de refroidissement à l'entrée de la double enveloppe $T_{j,in}$ afin de dissoudre les cristaux de plus grande taille et donc de ramener la taille moyenne à la valeur de référence (le processus de dissolution). L'iPSMC augmente rapidement la $T_{j,in}$, ce qui amène la sortie à la courbe de référence à environ 55 min sans aucune erreur. Après cela, $T_{j,in}$ devient constant pour conserver la taille moyenne de cristal désirée. La température du cristalliseur

reste stable (voir figure 3.29a) et par conséquent, la force motrice est ramenée à zéro. Par conséquent, il n'y a pas de croissance ni de nucléation. Néanmoins, dans le cas de l'iP, $T_{j,in}$ augmente lentement et la sortie atteint la référence à environ 70 *min* avec une petite erreur. Pour compenser cette erreur, la température diminue (processus de croissance) et augmente (processus de dissolution) pour obtenir la courbe souhaitée de L^* . En résumé, l'iP était légèrement meilleur que l'iPISMC au début de la simulation, mais après environ 40 *min*, l'iPISMC est devenu un peu meilleur. C'est pourquoi, nous allons comparer les valeurs des deux indices de performance suivants calculés pour les deux structures de la commande sans modèle (Willmott and Matsuura (2005)) :

$$MAE = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n |e_k| \quad (3.22)$$

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{k=1}^n e_k^2} \quad (3.23)$$

Où MAE et RMSE sont respectivement l'erreur absolue moyenne (the mean absolute error,

Tableau 3.3 – MAE et RMSE dans le premier scénario.

	MAE	RMSE
iP	1.0722e-06	1.1951e-06
iPISMC	2.2848e-06	2.7872e-06

en anglais) et l'erreur quadratique moyenne (the root mean square error, en anglais). e_k est l'erreur de suivi à chaque période d'échantillonnage k , et n est le temps de simulation (120 *min*).

Les résultats relatifs à la MAE et à la RMSE sont présentés dans le tableau. (3.3). Ils montrent que les meilleurs indices de performance sont ceux de la structure iP. Dans les deux cas, les valeurs obtenues par l'iP sont deux fois inférieures.

- **Second scénario**

La capacité de rejeter les perturbations est illustrée par la simulation dans la figure 3.31, dans les deux cas des deux approches proposées. Après une heure, nous supposons qu'il y a une augmentation brusque de la température (perturbation) durant 5 *min*. Comme illustré dans la figure 3.31a, après une augmentation soudaine de la température (de 60 *min* à 65 *min*), les contrôleurs iP et iPISMC réduisent le $T_{j,in}$. L'iP diminue lentement cette température, ce qui conduit à un phénomène de dissolution, comme le montre la figure

Tableau 3.4 – MAE et RMSE dans le cas du deuxième scénario.

	MAE	RMSE
iP	1.1252e-06	2.2937e-06
iPISMCM	1.2049e-06	2.7876e-06

3.31b (graphique magenta). C’est pourquoi la taille moyenne des cristaux atteint le L désiré avec une petite erreur. L’iPISMCM diminue rapidement la température (en respectant les contraintes imposées par l’Eq. (3.12)) pour mieux compenser les perturbations jusqu’à 75 min. Ensuite, la température décroît très lentement jusqu’à ce que la sortie rejoigne L^* .

Si nous nous concentrons seulement sur le profil des courbes, nous pouvons dire que l’iPISMCM est plus robuste aux perturbations par rapport à l’iP. Toutefois, les résultats relatifs au MAE et au RMSE (tableau. 3.4) montrent que les meilleurs indices de performance sont ceux réalisés par la structure iP.

• Troisième scénario

La capacité des approches proposées dans le cas de la sensibilité aux paramètres est illustrée par la simulation dans figure 3.32– figure 3.35. En pratique, les paramètres de la nucléation et de la croissance sont obtenus à partir de résultats expérimentaux dans des conditions environnementales idéales. Cependant, les paramètres de la cinétique de la nucléation sont sensibles à l’environnement, ce qui rend difficile la connaissance de ces paramètres avec

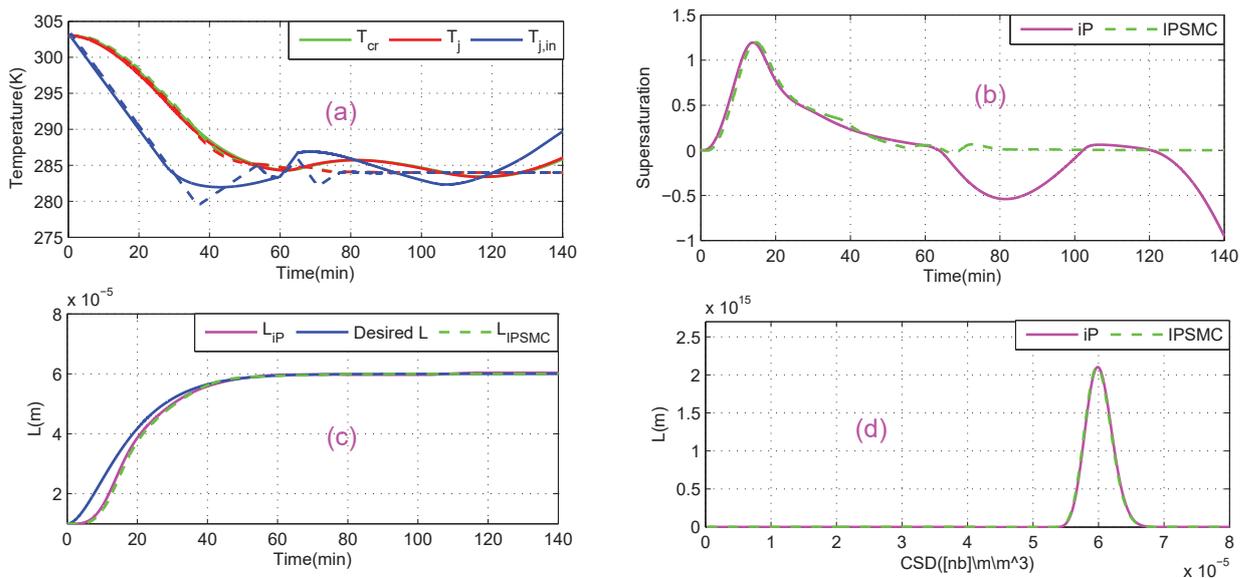


FIGURE 3.31 – (a) : Températures dans le cristalliseur, (b) : profile de la sursaturation, (c) : taille moyenne de cristal et (d) : la DCT à la fin de la cristallisation. (iP : ligne continue ; iPISMCM : ligne pointillée) dans le cas du deuxième scénario.

precision. Il est donc important d'analyser la sensibilité de ces paramètres. Pour cela, le procédé est simulé en utilisant les deux contrôleurs proposés avec $\pm 10\% \theta$, où θ présente les paramètres nominaux de la nucléation $\theta = [a_{N1}, b_{N1}, K_{N2}, I_{N2}]$. Tel qu'illustré dans la figure 3.33 (cas de $+10\% \theta$), les courbes des phénomènes cinétiques montrées dans cette figure sont différentes de celles données dans la figure 3.30. Mais, la même variation est observée dans la figure 3.29 et la figure 3.32. Et les résultats relatifs au MAE et au RMSE (tableau. (3.5)) montrent à nouveau que les meilleurs indices de performance ont été atteints par la structure iP.

Dans la figure 3.34 et la figure 3.35, pour le cas de $-10\% \theta$, les résultats relatifs au RMSE

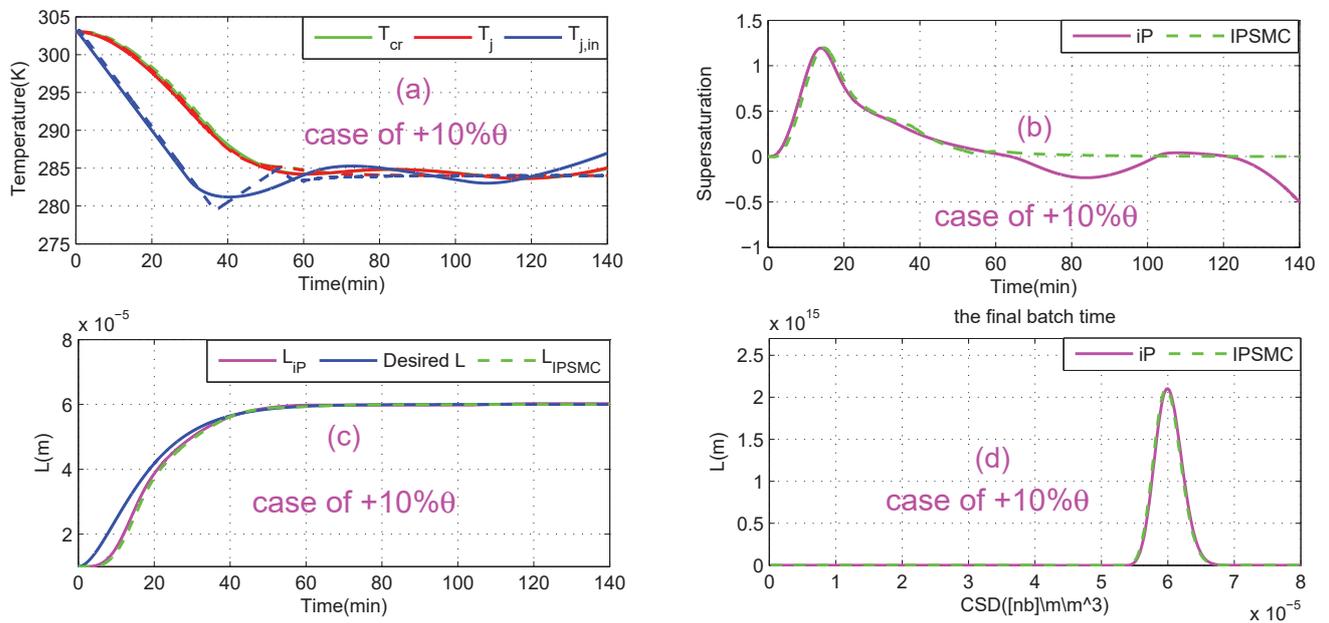


FIGURE 3.32 – (a) : Températures dans le cristalliseur, (b) : profil de la sursaturation, (c) : taille moyenne de cristal et (d) : la DCT à la fin du batch process. (iP : ligne continue ; iPSMC : ligne pointillée) dans le cas du troisième scénario ($+10\% \theta$).

et au MAE montrent également que les meilleurs indices de performance ont été obtenus par la structure iP (tableau. 3.6).

Tableau 3.5 – MAE et RMSE dans le troisième scénario ($+10\% \theta$).

	MAE	RMSE
iP	1.0724e-06	2.2849e-06
iPSMC	1.1950e-06	2.7871e-06

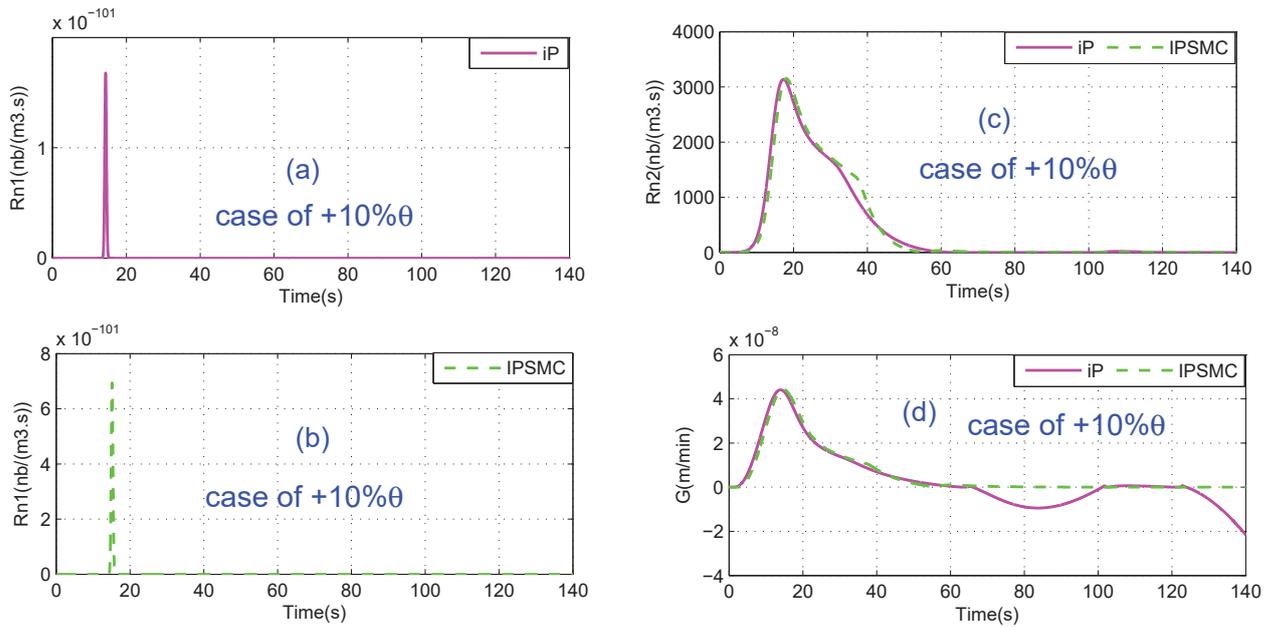


FIGURE 3.33 – (a) : La nucléation primaire, (b) : la nucléation secondaire, (c) : la croissance (iP : ligne continue ; iPSMC : ligne pointillée) dans le cas du troisième scénario (+10% θ).

Tableau 3.6 – MAE et RMSE dans le troisième scénario (-10% θ).

	MAE	RMSE
iP	1.0721e-06	2.2848e-06
iPSMC	1.1950e-06	2.7870e-06

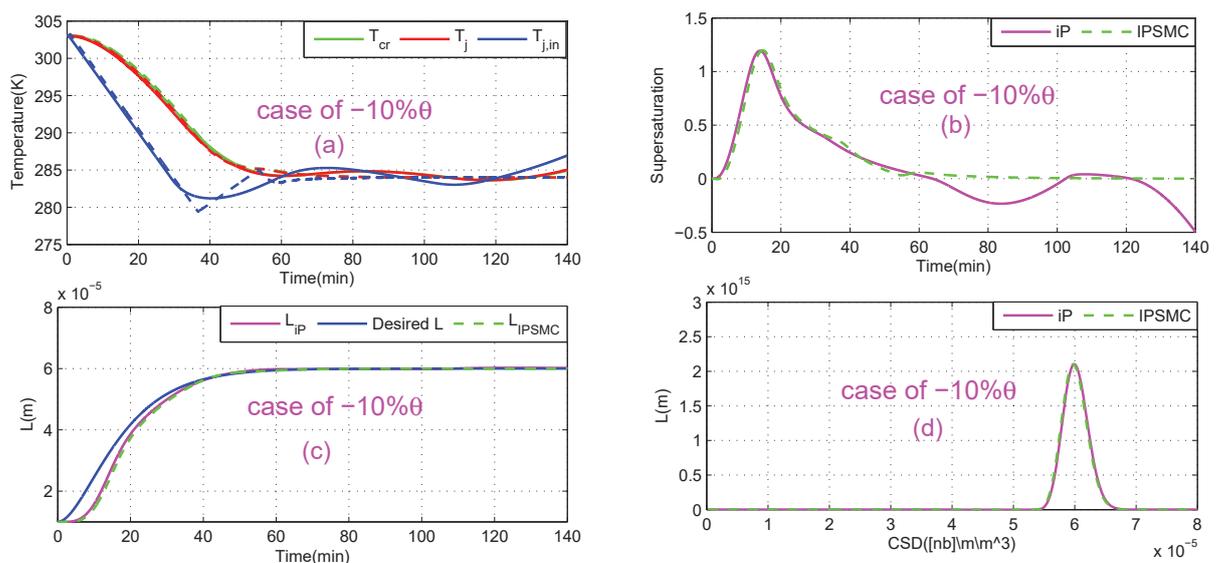


FIGURE 3.34 – (a) : Températures dans le cristalliseur, (b) : profile de la sursaturation, (c) : taille moyenne de cristal et (d) : la DCT à la fin du batch process. (iP : ligne continue ; iPSMC : ligne pointillée) dans le cas du troisième scénario (-10% θ).

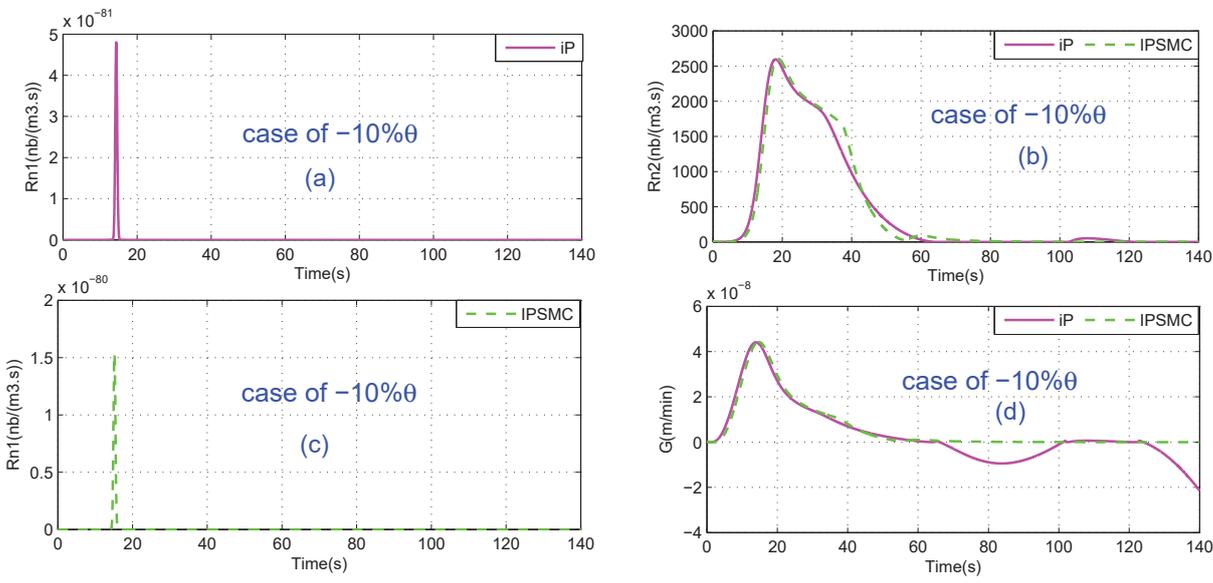


FIGURE 3.35 – (a) : La nucléation primaire, (b) : la nucléation secondaire, (c) : la croissance (iP : ligne continue ; iPSMC : ligne pointillée) dans le cas du troisième scénario ($-10\% \theta$).

• Quatrième scénario

Dans la figure 3.36, la sortie mesurée est corrompue par le bruit. Dans ce cas également, les résultats relatifs au RMSE et au MAE montrent que les meilleurs indices de performance sont réalisés par la structure iP (voir tableau. 3.7).

Différents scénarios ont été réalisés afin de tester les performances des deux structures de contrôle (sans perturbations ou mesures bruitées, en cas de perturbations soudaines, en cas de sensibilité des paramètres et en cas d'utilisation de mesures bruitées). L'iP présente de meilleures performances en termes d'erreur absolue moyenne (MAE) et d'erreur quadratique moyenne (RMSE). L'iP présente d'autres avantages par rapport à l'iPISMCM comme la simplicité d'implémentation et la facilité de structure, mais aussi moins de paramètres à régler (un paramètre k_P en iP seulement).

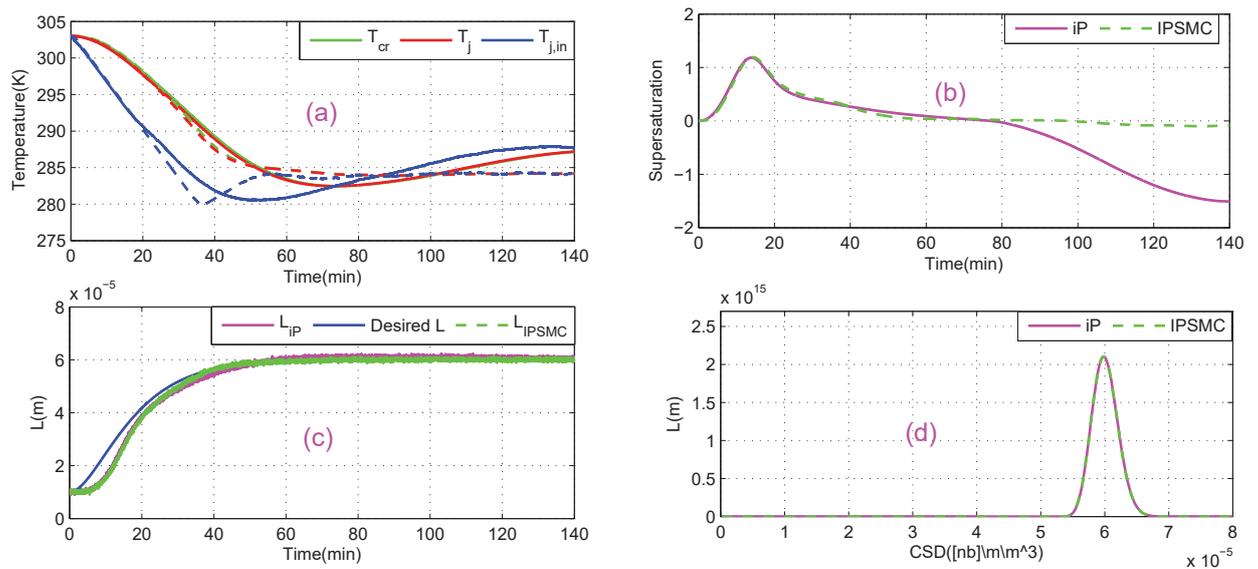


FIGURE 3.36 – (a) : Températures dans le cristalliseur, (b) : profile de la sursaturation, (c) : taille moyenne de cristal et (d) : la DCT à la fin de la cristallisation. (iP : ligne continue; iPISMCM : ligne pointillée) dans le cas du quatrième scénario.

Tableau 3.7 – MAE et RMSE dans le quatrième scénario.

	MAE	RMSE
iP	1.2676e-06e	2.4748e-06
iPISMCM	1.6373e-06	2.5081e-06

3.4 Conclusion

L'une des principales contributions de notre travail concerne l'estimation des moments μ_3 , μ_2 , μ_1 et μ_0 en utilisant seulement les mesures de la température et de la concentration. Les simulations montrent que les trois observateurs en cascade que nous avons utilisés permettent de bien estimer ces moments. Ensuite, les moments estimés servant à déterminer la taille moyenne de la DTC.

Les différents résultats des simulations obtenus lors de l'application de différentes structures de la commande sans modèle ont été présentés dans la partie contrôle. Et comme cas d'étude, un procédé de cristallisation d'acide adipique en batch par ensemencement d'acide adipique est utilisé. Les simulations montrent l'efficacité du PI intelligent pour assurer une DTC final unimodal et étroite avec la taille moyenne désirée dans le cas où la température dans le cristalliseur T_{cr} est la variable de contrôle puis quand $T_{j,in}$ est considérée comme variable de commande pour illustrer le cas réel. Le cas de perturbation et le cas où il y a des mesures bruitées ont été aussi étudiés pour montrer l'efficacité de l'iPI qui donne de meilleures performances que le PI classique.

Pour garantir la convergence, une deuxième version de MFC qui était proposée par (Pre-cup (2017)) est appliquée aussi dans ce travail. Et nous avons comparé cette version avec le iP. Dans ce cas, différents scénarios ont été testés afin de comparer les performances des deux structures de contrôle (sans perturbations ni mesures bruitées, en cas de perturbations soudaines, en cas de sensibilité des paramètres et en utilisant une mesure bruitées). Dans tous ces cas, l'iP présente de meilleures performances en termes d'erreur absolue moyenne (MAE) et d'erreur quadratique moyenne (RMSE). L'iP présente d'autres avantages par rapport à l'iPISMC comme une implémentation plus facile, une structure plus simple et moins de paramètres à régler (un seul paramètre k_P pour l'iP).

Chapitre 4

Contrôle d'un procédé de polymérisation par ouverture de cycle du lactide

Sommaire

4.1 Procédé de polymérisation par ouverture de cycle du lactide	104
4.1.1 Mécanisme de production de l'acide polylactique	104
4.1.2 Le modèle utilisé	108
4.1.3 Résolution des Equations aux Dérivées Partielles	113
4.1.4 Objectif de contrôle	113
4.2 La commande PI utilisée par (Costa and Trommsdorff (2016))	114
4.3 Optimisation	116
4.3.1 Formulation mathématique de l'optimisation du procédé de PLA .	117
4.3.2 Résultats de simulations	119
4.3.3 Off-spec time	121
4.4 La commande prédictive	124
4.4.1 Formulation mathématique de la MPC pour la commande du pro- cédé de PLA	124
4.4.2 Estimation de la perturbation	125
4.4.3 Implémentation de la MPC	126
4.5 Conclusion	130
Conclusion générale et perspectives	135

Introduction

Le polylactide (PLA) fait partie de la famille des polymères biodégradables. Le caractère biodégradable du PLA a d'abord retenu l'attention du monde médical comme par exemple pour la fabrication de fils de suture et d'implants résorbables (P Pawar et al. (2014)), (Auras et al. (2004)). Bien que la production de PLA à partir de ressources fossiles soit réalisée à l'échelle industrielle dès les années 1970 ((Lunt (1998)), (Lunt and Shafer (2000))), le PLA biosourcé, obtenu à partir de matières premières provenant de biomasse, a néanmoins connu son essor commercial le plus important en 2002 (Lunt and Shafer (2000)). NatureWorks LLC (une filiale de Cargill Dow LLC) a produit 140 000 tonnes métriques de PLA biosourcée en 2002. L'étude des caractéristiques de ce polymère ((Agarwal et al. (1998)), (Vroman and Tighzert (2009)), (Shah et al. (2008))) ainsi que la modélisation du procédé de production de PLA ((Carothers et al. (1932)), (Lunt (1998)), (Yu et al. (2009)), (Yu et al. (2011))) ont fait l'objet des nombreux travaux.

Vu que cette réaction est très sensible aux impuretés, une stratégie de commande est cruciale pour rétablir les conditions nominales en cas de dérive. Jusqu'à présent, les techniques de commande d'automatique avancées ne sont pas utilisées pour contrôler ce procédé de polymérisation. Cela nous a motivés pour proposer des stratégies de commande autres que le PI qui était utilisé par (Costa and Trommsdorff (2016)). Le procédé considéré est constitué d'un réacteur tubulaire suivi d'un réacteur en boucle puis d'un autre tubulaire. Le modèle est décrit par des équations aux dérivées partielles et la commande se fait aux frontières, en manipulant le débit d'ajout de catalyseur et de co-catalyseur.

Deux méthodes seront proposées dans cette thèse :

- 1) D'abord, une méthode d'optimisation a été développée qui prend en compte les contraintes sur les entrées, le retard dû au fait que le procédé est distribué, la non-linéarité du modèle et surtout le couplage entre les entrées qui s'est avéré très important. Cependant, cette stratégie nécessite une très bonne connaissance des équations et des paramètres du modèle et que la perturbation soit mesurée. Ce qui est n'est pas toujours le cas.
- 2) Donc, pour prendre en compte ces erreurs de modélisation, nous allons utiliser la commande prédictive. Cette commande est reconnue par sa capacité à manipuler les procédés MIMO avec une dynamique couplée et sous contrainte.

Dans ce chapitre, nous allons d'abord présenter le procédé de polymérisation par ouverture de cycle du lactide afin de synthétiser de l'acide polylactique (PLA). Ensuite, nous allons donner le modèle utilisé. La troisième partie sera dédiée à la stratégie d'optimisation : formulation mathématique de l'optimisation et les résultats de simulations. Le principe de la commande prédictive ainsi que les résultats de simulations obtenus par cette stratégie seront exposés dans la quatrième partie.

4.1 Procédé de polymérisation par ouverture de cycle du lactide

4.1.1 Mécanisme de production de l'acide polylactique

4.1.1.1 Le monomère lactique

L'unité monomère du **l'acide polylactique** (polylactic acid en anglais (PLA)) est l'**acide lactique** (LA). La formule chimique de l'acide lactique est $C_3H_6O_3$ et il se présente sous deux formes, *Acide L-lactique* et *Acide D-Lactique* (Garlotta (2001)), (Auras et al. (2004)). Bien qu'il peut être obtenu par une synthèse à partir de ressources fossiles, l'acide lactique est produit, dans la majorité des cas, par la fermentation d'une matière première telle que l'amidon de maïs, l'amidon de tapioca ou bien le sucrose (il s'agit alors d'un acide lactique biosourcé) (Lunt (1998)), (Gupta et al. (2007)). Selon le microorganisme utilisé durant la procédure de fermentation de l'acide lactique, nous obtenons soit l'acide L-lactique ou bien l'acide D-lactique (Nampoothiri et al. (2010)). Néanmoins, même si l'acide D-lactique est disponible commercialement, sa production est limitée vu le coût très élevé (Narayanan et al. (2004)).

4.1.1.2 Polycondensation de l'acide lactique

La synthèse du PLA peut se faire par une polycondensation de l'acide lactique. Ce dernier possède à la fois un groupe acide carboxylique et un groupe hydroxyle. Alors, la réaction d'auto-estérification d'un groupe hydroxyle d'une molécule d'acide lactique sur le groupe acide d'une autre donne une jonction ester tout en produisant une molécule d'eau. La polycondensation de l'acide lactique est basée sur cette réaction d'auto-estérification où les monomères de l'acide lactique réagissent ensemble et forment de plus longues chaînes tout en produisant aussi des molécules d'eau (Bawa and Oh (2017)) (voir figure 4.1).

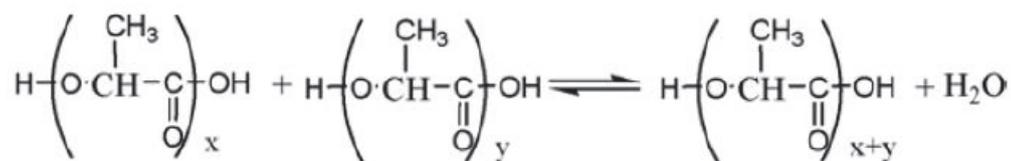


FIGURE 4.1 – Schéma de la polycondensation de l'acide lactique (Vu et al. (2005)).

L'eau est un produit secondaire de la réaction et doit être éliminée du mélange réactionnel afin de déplacer l'équilibre chimique vers le côté droit de la réaction et favoriser sa polycondensation. Généralement, le polymère obtenu par polycondensation est de faible masse molaire (appelé oligomère), en raison des difficultés d'élimination de l'eau libérée. Plus la masse molaire des polymères (M_w) augmente, plus la viscosité du mélange augmente et plus il devient difficile d'éliminer l'eau et seul le polymère à faible M_w peut être produit par cette méthode (Hu et al. (2016)), (Sanglard et al. (2012)).

Pour pallier ce problème, différents procédés ont été développés afin de produire de PLA avec une masse molaire élevée (Jacobson and Stockmayer (1950)), (Ichikawa et al. (1995)), (Xavier et al. (2010)). Une méthode largement utilisée dans le monde industriel est la polymérisation par ouverture de cycle (Ring-Opening Polymerization en anglais (ROP)) du Lactide. Cette stratégie consiste d'abord à produire par une dépolymérisation catalytique de l'oligomère d'acide lactique, un produit intermédiaire appelé **Lactide (LT)** (Vink et al. (2003)), (Nampoothiri et al. (2010)), (Hu et al. (2016)). Le lactide est ensuite purifié et puis polymérisé en PLA à masse molaire élevée par une polymérisation par ouverture de cycle (ROP). La ROP du lactide utilise un catalyseur (dit aussi amorceur), dont le plus utilisé est l'octanoate d'étain (SnOct_2), avec une substance contenant l'hydroxyle agissant comme co-catalyseur et comme agent de transfert de chaîne. Cela permet de synthétiser de PLA de très grandes masses molaires (Pretula et al. (2016)), (Dubey (2016)). Nous allons décrire plus en détail dans le paragraphe suivant la méthode de polymérisation par ouverture de cycle du lactide vu que c'est celle que nous avons utilisé pour ce travail.

4.1.1.3 Polymérisation par ouverture de cycle du lactide

Afin d'obtenir le monomère de Lactide, une dépolymérisation catalytique de l'oligomère d'acide lactique doit être effectuée. Cette procédure s'effectue généralement sous vide et à l'aide d'un catalyseur stanneux (carboxylate de Sn(II)), ou bien un alcoolate (Chamberlain et al. (2001)), (Amgoune et al. (2006)). Une dernière étape de purification, soit par distillation sous vide (sublimation) ou par recristallisation, est nécessaire afin d'éliminer toute

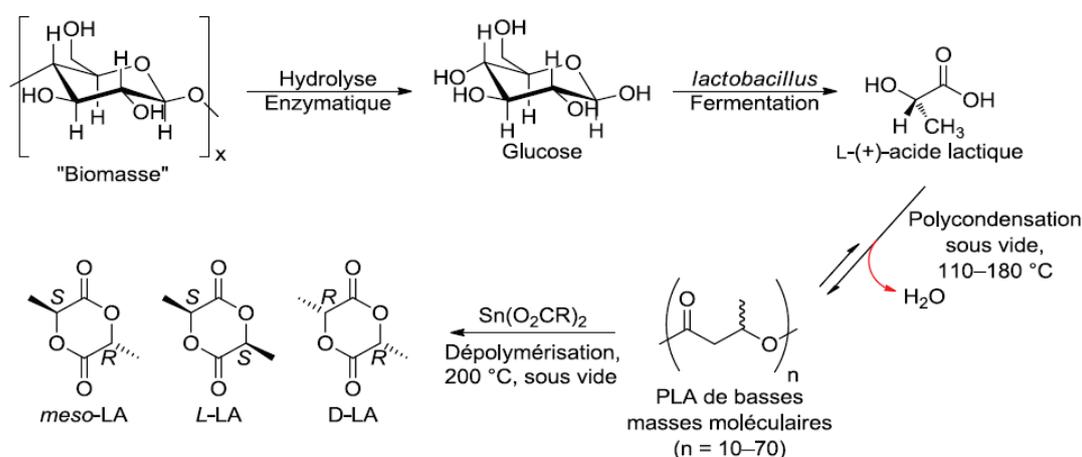


FIGURE 4.2 – Synthèse du Lactide (Maudoux (2014)).

impureté accumulée durant ce procédé (eau, acide lactique, etc). Le lactide existe sous trois formes différentes, *L-lactide*, *D-lactide* et *méso-lactide*, qui sont représentées à la figure 4.2. Pour plus de détails sur la dépolymérisation, le lecteur pourra lire (Hiltunen et al. (1997)), (Achmad et al. (2009)), (Noda and Okuyama (1999)). Différents mécanismes interviennent dans la polymérisation par ouverture de cycle du lactide. Ces mécanismes dépendent des espèces catalytiques utilisées et des conditions de la réaction. La ROP du lactide catalysé par le Sn(II)2 éthylhexanoate (noté $SnOct_2$) a été investiguée par plusieurs chercheurs qui ont proposé différents mécanismes pour amorcer une chaîne, tels que : initiation au alkoxyde (Kowalski et al. (2000)), activation par monomère (Kricheldorf et al. (2000)) et initiation cationique (Schwach et al. (1997)). Une discussion détaillée de tous ces mécanismes est présentée dans l'étude de (Biopolymers-Polyesters (2002)). Le plus largement utilisé est le mécanisme de l'alkoxyde, où l'octoate stanneux réagit avec les espèces portant l'OH ($OH - X$) pour former un alkoxyde qui est l'espèce initiateur de la polymérisation. Sur la base d'une telle étape d'initiation, plusieurs schémas de modèle cinétique de la polymérisation ont été développés (Biopolymers-Polyesters (2002)), (Yu et al. (2009)), (Yu et al. (2011)). Le schéma cinétique considéré dans cette étude est celui proposé par (Yu et al. (2011)). Il est présenté dans la figure 4.3 et il est brièvement discuté dans ce paragraphe.

Le schéma cinétique comporte quatre types de réactions réversibles :

1. **Activation de catalyseur** : toutes les espèces ayant un groupe OH sont capables d'activer de manière réversible le catalyseur pour obtenir les groupes alkoxyde actifs. Ainsi, la première réaction présente la réaction entre le catalyseur (C) et une chaîne dormante (D_n) à terminaison hydroxyle (l'espèce représentée par HO-(LA) $_n$ -H (Ko-

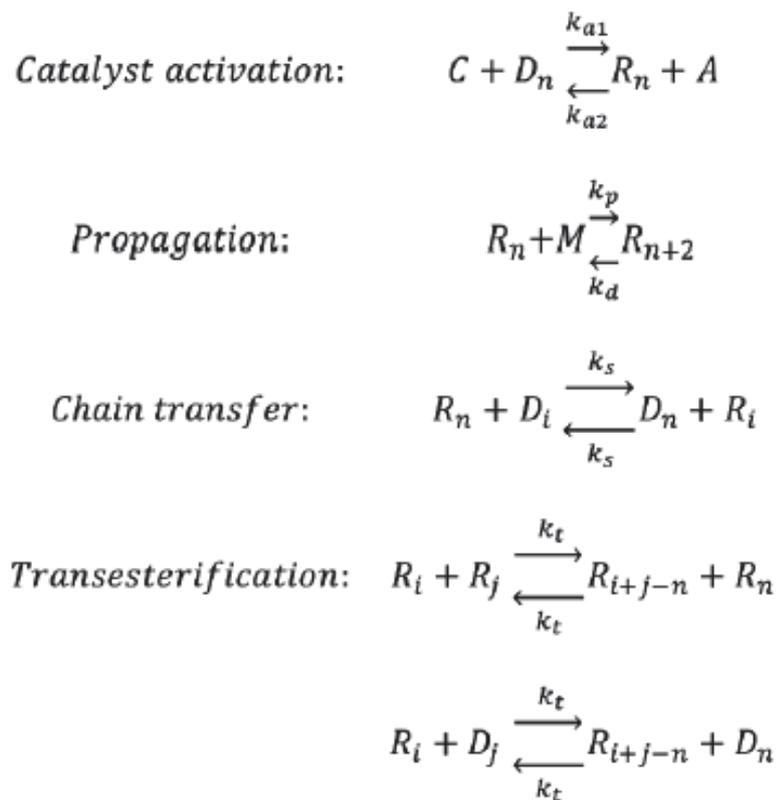


FIGURE 4.3 – Mécanismes de synthèse de polylactide (Costa and Trommsdorff (2016)).

walski et al. (2000)) pour donner des chaînes actives (ou vivantes) de propagation (R_n) (représente toutes les espèces contenant l'alkoxyde) et des espèces acides (A). La vitesse d'activation de cette réaction est plus lente que celle de la désactivation.

2. **Propagation** : la deuxième réaction est une réaction de propagation réversible où les chaînes actives réagissent avec le monomère (M) ce qui affecte la longueur des chaînes actives. Les valeurs correspondantes des coefficients de rendement (k_p et k_d) sont supposées indépendantes de la longueur de la chaîne (Yu et al. (2009)).
3. **Transfert de chaînes** : les chaînes actives peuvent être désactivées par les chaînes dormantes par le mécanisme réversible de transfert de chaîne. Ce procédé est pris en compte dans le modèle pour prédire correctement l'évolution de la masse molaire.
4. **Transestérification** : l'étape de transestérification est responsable du remaniement de la chaîne et l'élargissement de la distribution de la masse molaire.

Dans des conditions industrielles appropriées, la concentration de l'espèce dormante à terminaison hydroxyle (D_n), qui agit également comme agent de transfert de chaîne, est beaucoup plus élevée que celle de l'espèce active ($D_n \gg \gg R_n$). Par conséquent, la masse molaire finale du polymère est inversement proportionnelle à la somme de tous les D_n .

$$\frac{\partial A}{\partial t} = -\nu \frac{\partial A}{\partial x} + k_{a1}\mu_0 C - k_{a2}\lambda_0 A \quad (4.2)$$

$$\frac{\partial M}{\partial t} \cong -\nu \frac{\partial M}{\partial x} - k_P \lambda_0 M + k_d \lambda_0 \quad (4.3)$$

La masse molaire du polymère se calcule en appliquant la méthode des moments à la distribution de la longueur des chaînes de polymères vivantes et dormantes. Les quatre premiers moments des chaînes actives (λ_i) et dormantes (μ_i) sont respectivement donnés par :

$$\frac{\partial \lambda_0}{\partial t} = -\nu \frac{\partial \lambda_0}{\partial x} + k_{a1}\mu_0 C - k_{a2}\lambda_0 A \quad (4.4)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial \lambda_1}{\partial t} = & -\nu \frac{\partial \lambda_1}{\partial x} + k_{a1}\mu_1 C - k_{a2}\lambda_1 A + 2k_P \lambda_0 M - 2k_d \lambda_0 - k_s \lambda_1 \mu_0 + k_s \lambda_0 \mu_1 \\ & - k_t \lambda_1 (\mu_1 - \mu_0) + \frac{1}{2} k_t \lambda_0 (\mu_2 - \mu_1) \end{aligned} \quad (4.5)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial \lambda_2}{\partial t} = & -\nu \frac{\partial \lambda_2}{\partial x} + k_{a1}\mu_2 C - k_{a2}\lambda_2 A + 4k_P (\lambda_0 + \lambda_1) M + 4k_d (\lambda_0 - \lambda_1) - k_s \lambda_2 \mu_0 \\ & + k_s \lambda_0 \mu_2 + \frac{1}{3} k_t \lambda_0 (\lambda_1 - \lambda_3) + k_t \lambda_1 (\lambda_2 - \lambda_1) - k_t \lambda_2 (\mu_1 - \mu_0) \\ & + \frac{1}{6} k_t \lambda_0 (2\mu_3 - 3\mu_2 + \mu_1) \end{aligned} \quad (4.6)$$

$$\frac{\partial \mu_0}{\partial t} = -\nu \frac{\partial \mu_0}{\partial x} - k_{a1}\mu_0 C + k_{a2}\lambda_0 A \quad (4.7)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial \mu_1}{\partial t} = & -\nu \frac{\partial \mu_1}{\partial x} - k_{a1}\mu_1 C + k_{a2}\lambda_1 A + k_s \lambda_1 \mu_0 - k_s \lambda_0 \mu_1 + k_t \lambda_1 (\mu_1 - \mu_0) \\ & - \frac{1}{2} k_t \lambda_0 (\mu_2 - \mu_1) \end{aligned} \quad (4.8)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial \mu_2}{\partial t} = & -\nu \frac{\partial \mu_2}{\partial x} - k_{a1}\mu_2 C + k_{a2}\lambda_2 A + k_s \lambda_2 \mu_0 - k_s \lambda_0 \mu_2 + k_t \lambda_2 (\mu_1 - \mu_0) \\ & + k_t \lambda_1 (\mu_2 - \mu_1) + \frac{1}{6} k_t \lambda_0 (-4\mu_3 + 3\mu_2 + \mu_1) \end{aligned} \quad (4.9)$$

$$\lambda_3 = \frac{\lambda_2 (2\lambda_2 \lambda_0 - \lambda_1^2)}{\lambda_1 \lambda_0} \quad (4.10)$$

$$\mu_3 = \frac{\mu_2(2\mu_2\mu_0 - \mu_1^2)}{\mu_1\mu_0} \quad (4.11)$$

Où ν représente la vitesse linéaire, k_{a1} et k_{a2} sont respectivement les constantes de vitesse de réaction d'activation et de désactivation du catalyseur, k_d , k_P , k_s et k_t sont respectivement les constantes de vitesse de réaction de dépropagation, propagation, de la chaîne réversible de transfert et de transestérification.

La masse molaire des polymères, M_w , peut être déterminée à partir des moments vivants et dormants selon la formule suivante :

$$M_w = \frac{M_M \lambda_2 + \mu_2}{2 \lambda_1 + \mu_1} \quad (4.12)$$

où M_M est la masse molaire du monomère.

Le facteur 1/2 de l'Eq. (4.12) est dû au fait que la moitié du lactide est l'unité répétitive considérée dans le schéma cinétique (voir la réaction de propagation dans la figure 4.3).

La pression adimensionnelle du réacteur, Φ , est donnée par :

$$\frac{\partial \Phi}{\partial x} = -\frac{1}{L} \frac{\eta}{\eta_{ref}} \quad (4.13)$$

Où le rapport de la viscosité, η , sur la viscosité de référence, η_{ref} , est défini par :

$$\frac{\eta}{\eta_{ref}} = -\frac{1}{L} X^{c_1} \left(\frac{M_w}{M_{w,ref}} \right)^{c_2} \exp \left(\frac{E}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \right) \quad (4.14)$$

où L est la longueur du réacteur, $M_{w,ref}$ est la masse molaire du polymère de référence, R est la constante universelle des gaz, T est la température, T_{ref} est la température de référence et c_1 et c_2 sont des constantes.

- **Conditions initiales et conditions aux limites**

Nous avons supposé que les réacteurs sont initialement remplis de monomère. Ainsi, la concentration initiale de monomère est de $M(x, t = 0) = \rho_M/M_M$, et toutes les autres concentrations sont égales à zéro.

Les conditions aux limites comprennent les débits d'entrée des monomères, du catalyseur, du co-catalyseur, de l'acide et de l'hydroxyle (les impuretés).

La concentration du catalyseur à l'entrée est égale à (Costa and Trommsdorff (2016)) :

$$M(x = 0, t) = \frac{\rho_M}{M_M} \quad (4.15)$$

$$C(x = 0, t) = \frac{2ppm_{cat}\rho_{cat}}{10^6 M_{cat}} \quad (4.16)$$

où ppm_{cat} est la partie par million du catalyseur stanneux octoate utilisé en alimentation, M_{cat} est la masse molaire du catalyseur et x est la coordonnée axiale.

La concentration d'acide dans le monomère lactide à l'entrée est donnée par (impuretés du lactide) :

$$A(x = 0, t) = \frac{meq_{COOH}\rho_M}{10^6} \quad (4.17)$$

où meq_{COOH} est le nombre de millimoles de groupes fonctionnels acides par kg à l'alimentation.

Nous supposons que le monomère peut comprendre à la fois des acides et des impuretés hydroxylées, et que la proportion d'impuretés hydroxylées par rapport aux impuretés acides est égale à α . Ces impuretés contribuent à la formation d'espèces dormantes comme suit :

$$\mu_0(x = 0, t) = \frac{(meq_{ROH} + \alpha meq_{COOH})\rho_M}{10^6} \quad (4.18)$$

où meq_{ROH} est la concentration de toutes les espèces contenant des groupes OH agissant comme co-catalyseur.

Cette hypothèse est réaliste si nous considérons qu'au moins une fraction des espèces acides présentes dans le lactide sont l'acide lactique et/ou ses oligomères, et qui contiennent les deux types de groupes fonctionnels. De cette façon, le modèle peut reproduire, de façon plus réaliste, l'impact des variations des contaminants monomères sur le procédé. Les paramètres utilisés dans cette simulation sont indiquées dans Tab. 4.1.

Tableau 4.1 – Valeurs des paramètres du procédé ROP (Costa and Trommsdorff (2016))

$$k_p = 2.0610^8 [Lmol^{-1}s^{-1}] \exp\left(-\frac{63244[jmol^{-1}]}{RT}\right)$$

$$k_d = k_p M_{eq} = \frac{\rho}{M_M} \exp\left(\frac{\Delta H}{RT} - \frac{\Delta S}{R}\right)$$

$$k_{a1} = 1000k_p$$

$$k_{eq} = 1.4510^5 \exp\left(-\frac{50125[jmol^{-1}]}{RT}\right)$$

$$k_{a2} = \frac{k_{a1}}{k_{eq}}, \quad k_s = 1000k_p$$

$$M_M = 144.13gmol^{-1}, \quad M_{cat} = 405gmol^{-1}$$

$$\rho = \frac{1145[gL^{-1}]}{1+0.000739(T-423.14[K])}$$

$$\Delta H = -23300Jmol^{-1}, \quad \Delta S = -22Jmol^{-1}K^{-1}$$

$$c_1 = 8, \quad c_2 = 3.4, \quad r = 10, \quad \alpha = 0.5$$

$$E = 77\,900\,J\,mol^{-1}$$

$$M_{W,ref} = 100000gmol^{-1}$$

$$T_{ref} = 448K$$

$$t_{Reactor-2} = 3600s$$

$$V_{Reactor-1} = 0.25V_{Reactor-2}$$

$$V_{Reactor-3} = V_{Reactor-2}$$

$$T_{Reactor-1} = 448.14K$$

$$T_{Reactor-2} = 448.14K$$

$$T_{Reactor-3} = 463.14K$$

4.1.3 Résolution des Equations aux Dérivées Partielles

Les équations aux dérivées partielles sont discrétisées en utilisant la méthode des différences finies (Afsi et al. (2018)), (Afsi et al. (2016)). Les deux réacteurs tubulaires ont été discrétisés en utilisant $N_g = 30$ points de discrétisation (Costa and Trommsdorff (2016)), tandis que le réacteur en boucle a été approximé par un réacteur en cuve agité. La discrétisation conduit par exemple au terme convectif suivant pour l'équation du catalyseur :

$$-v \frac{\partial C}{\partial x} = N_g \frac{\Delta C}{t_R} \quad (4.19)$$

Le même principe de traitement est appliqué aux autres équations (4.1) - (4.11).

4.1.4 Objectif de contrôle

Les principales caractéristiques pour l'industrie de la polymérisation par ouverture de cycle du lactide sont la masse molaire du polymère et la conversion du monomère, qui doivent être maintenues à leur valeur prédéfinie à la sortie du procédé. Cependant, différentes impuretés peuvent être présentes dans ce procédé qui affectent les propriétés du polymère résultant. Il est donc crucial de surveiller et de contrôler ce procédé afin de rétablir les conditions nominales en cas de dérive. Comme le taux de production se produit principalement dans le réacteur en boucle, ces variables doivent être contrôlées à la sortie du réacteur en boucle (c.-à-d. la conversion à la sortie du réacteur en boucle X_2 , et la masse molaire du polymère à la sortie du réacteur en boucle M_{w2}). La mesure en ligne de la conversion peut être effectuée soit par Raman proche infrarouge (Raman near infrared (NIR), en anglais), soit par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy, en anglais) (George et al. (2009)), (Braun et al. (2006)). Cependant, la mesure en ligne de la masse molaire est plus compliquée en pratique. Comme alternative, la mesure en ligne de la viscosité peut être utilisée comme estimation indirecte de la masse molaire (Eq. (4.14)). Ceci peut être fait par la mesure locale de la viscosité du mélange réactionnel avec des capteurs de viscosité (George et al. (2009)), (Braun et al. (2006)), ou par l'estimation de la viscosité moyenne dans une section de réacteur par une simple mesure de la chute de pression, qui est la solution adoptée dans ce travail. En effet, selon l'Eq. (4.13), l'utilisation de la viscosité ou de la différence de pression est pratiquement équivalente. Pour résumer, la conversion à la sortie du réacteur en boucle X_2 et la différence de pression entre l'entrée et la sortie de ce même réacteur $\Delta\Phi_2$ sont utilisées dans ce travail comme des variables à contrôler. En se basant sur le schéma cinétique discuté précédemment, le catalyseur (ppm_{cat}) et

le co-catalyseur (meq_{ROH}) peuvent être utilisés comme variables de contrôle de ces sorties (Costa and Trommsdorff (2016)).

Comme mentionné précédemment, cette réaction de polymérisation est très sensible aux impuretés ou aux modifications des conditions opératoires susceptibles de faire dévier le système de l'intervalle souhaité de la conversion du polymère et de la masse molaire des polymères. Il est donc important d'appliquer une stratégie de contrôle pour assurer le rejet de toute perturbation. Le contrôleur PI était le premier contrôleur proposé pour contrôler ce procédé (Costa and Trommsdorff (2016)). Vu le couplage entre les entrées qui s'est avéré très important, les auteurs ont proposé un moyen intéressant pour modifier l'erreur de PI (c'est-à-dire la différence entre les sorties souhaitées et celles réelles), pour prendre en compte ce couplage. Cette approche a été comparée à le PI classique et elle a été efficace comme un moyen pour réduire le couplage et pour faire face aux perturbations. Cependant, en plus du fait que les entrées et les sorties sont couplées, ce procédé représente un retard vu sa nature distribuée. En effet, le modèle de procédé est très non linéaire et qui dépend du temps et aussi de l'espace. Il est représenté par un système à paramètres distribués comprenant des équations aux dérivées partielles et la commande se fait aux frontières, en manipulant le débit d'ajout de catalyseur et de co-catalyseur. De plus, il y a des contraintes sur les débits d'alimentation minimaux qui doivent être respectés. Deux stratégies de contrôle sont proposées dans ce travail pour tenir en compte du couplage, de la non-linéarité, du retard et des contraintes ce qui ne peut pas être réalisé par un contrôleur PI :

- 1) **une stratégie d'optimisation dynamique en boucle ouverte**
- 2) **la commande prédictive.**

Dans le paragraphe suivant, nous allons donner une brève description de la commande avec un PI qui été développée par (Costa and Trommsdorff (2016)) pour atténuer le couplage entre les sorties.

4.2 La commande PI utilisée par (Costa and Trommsdorff (2016))

La stratégie d'optimisation et la commande prédictive sont comparées à la stratégie développée par (Costa and Trommsdorff (2016)) qui est basée sur un contrôleur PI avec une forme modifiée de l'erreur ce qui permet de prendre en compte le couplage.

Tout d'abord, la figure 4.5 présente l'approche classique du PI qui utilise une seule variable

de commande pour chaque régulateur, ce qui donne les définitions suivantes pour chaque erreur :

$$\epsilon_X = X_{set} - X_2 \quad (4.20)$$

$$\epsilon_\Phi = \Delta\Phi_2 - \Delta\Phi_{set} \quad (4.21)$$

Les sorties des régulateurs proportionnels intégrales (PI) ont été calculées avec les expressions standard :

$$u_1 = \max \left\{ u_{1set} + K_{P1}\epsilon_X + K_{I1} \int_0^t \epsilon_X dt, 0.1 \right\} \quad (4.22)$$

$$u_2 = \max \left\{ u_{2set} + K_{P2}\epsilon_\Phi + K_{I2} \int_0^t \epsilon_\Phi dt, 0.1 \right\} \quad (4.23)$$

Ainsi, un premier contrôleur (XC à la figure 4.5) manipule l'alimentation du catalyseur ($ppm_{cat}(u_1)$) en fonction de l'erreur de conversion à la sortie du réacteur en boucle X_2 tandis qu'un second contrôleur ($\Delta\Phi C$ à la figure 4.5) manipule l'alimentation du co-catalyseur ($meq_{ROH}(u_2)$) en fonction de l'erreur de la différence de pression entrée-sortie dans le réacteur en boucle $\Delta\Phi_2$.

Cependant, avec la structure de la figure 4.5, les boucles de régulation sont fortement couplées. Pour faire face à ça, (Costa and Trommsdorff (2016)) a proposé une autre façon de concevoir la commande, où le contrôleur manipulant le co-catalyseur reçoit la mesure des deux variables contrôlées, et les erreurs sont définies par (figure 4.6) :

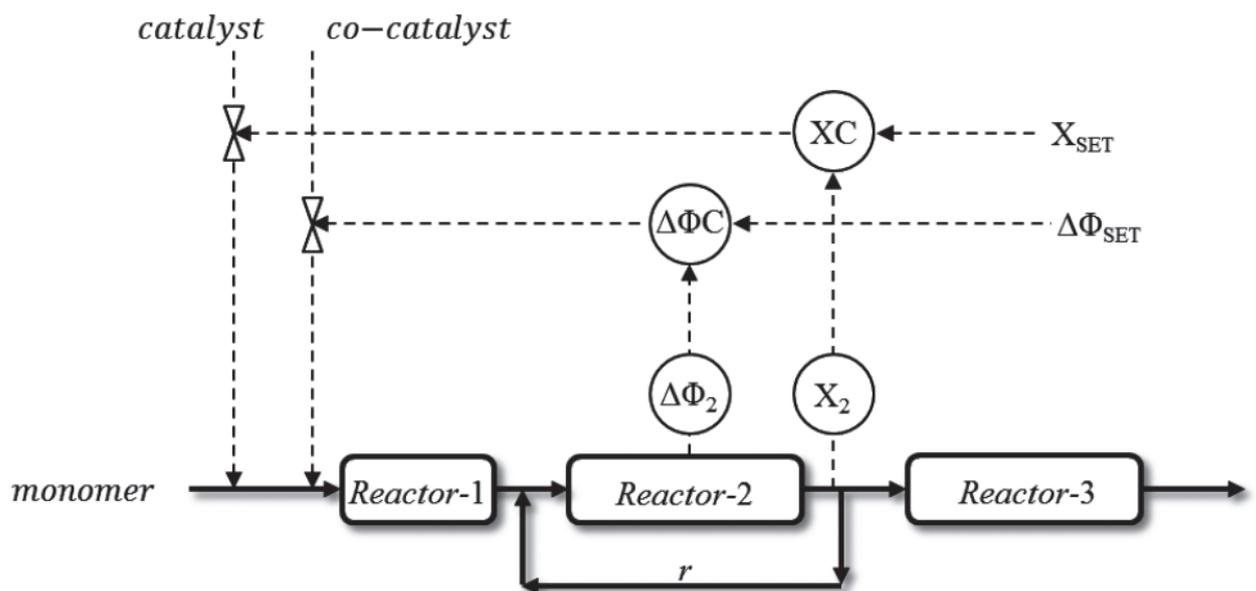


FIGURE 4.5 – Schéma de PI classique appliqué au procédé de polymérisation du Lactide (Costa and Trommsdorff (2016)).

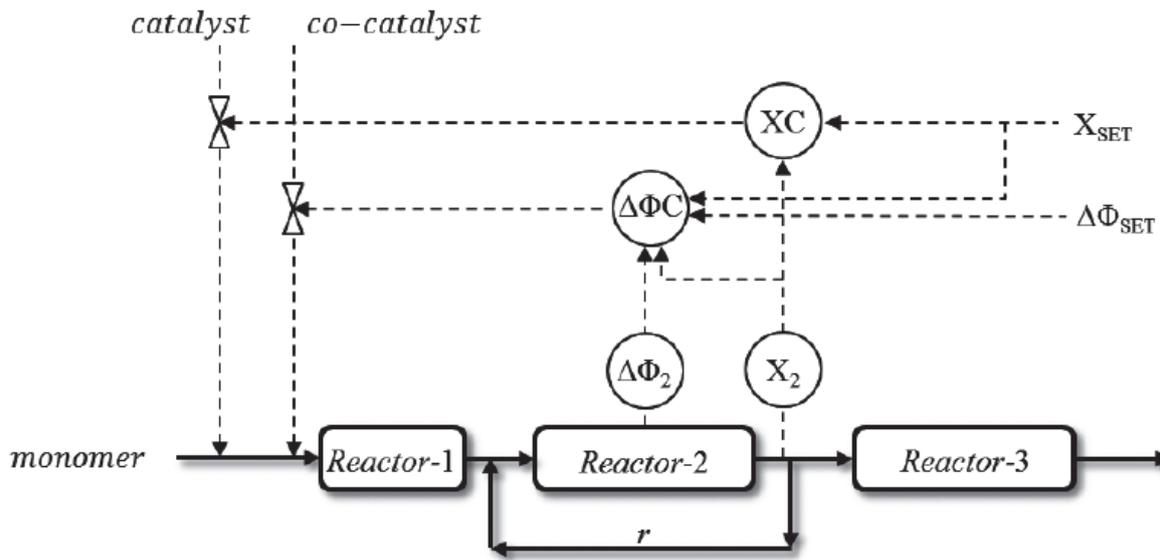


FIGURE 4.6 – Schéma de PI modifié appliqué au procédé de polymérisation du Lactide (Costa and Trommsdorff (2016)).

$$\epsilon_X = X_{set} - X_2 \quad (4.24)$$

$$\epsilon_\Phi = \Delta\Phi_2 - \Delta\Phi_{set} \left(\frac{X_2}{X_{set}} \right)^{(c_1+c_2)} \quad (4.25)$$

Avec ce choix, $\Delta\Phi_{set}$ représente la consigne uniquement lorsque $X_2 = X_{set}$, et la consigne réelle sera ajustée de façon dynamique lorsque $X_2 \neq X_{set}$.

Pour la partie suivante, nous allons d'abord donner la formulation mathématique de l'optimisation dynamique pour le procédé de polymérisation par ouverture de cycle (ROP) du lactide. Puis, les résultats de la simulation qui compare l'optimisation dynamique au contrôleur PI développé par (Costa and Trommsdorff (2016)) seront illustrés. Cette comparaison a fait l'objet d'une conférence (Afsi et al. (2019)).

4.3 Optimisation

La théorie de la commande optimale consiste à déterminer la commande à appliquer au système pour minimiser (ou maximiser) un critère donné, et éventuellement sous des contraintes. En génie des procédés comme dans plusieurs domaines, cette méthode a été largement utilisée (Zhang et al. (2019)), (Chen et al. (2018)), (Rajaeipour et al. (2019)). Cependant en génie des procédés, une mesure précise en ligne des éléments organiques complexes est par-

fois difficile ou bien les mesures en ligne disponibles ne sont pas suffisantes pour estimer l'état du système à contrôler. Dans ce cas, l'utilisation de l'optimisation en boucle ouverte est une solution intéressante (Terwiesch and Agarwal (1994)), (Muske et al. (2004)), (Nagy and Braatz (2004)). Afin de déterminer les commandes optimales, il est nécessaire de disposer d'un modèle du procédé qui relie les sorties à contrôler aux variables de commande. Il existe une variété des approches de modélisation qui peuvent être utilisées pour déterminer un modèle approprié : soit des modèles phénoménologiques, empiriques ou bien mathématiques rigoureux. Dans le travail de (Muske et al. (2004)), la réaction considérée consiste à synthétiser en semi batch le **SB-290162** qui est un intermédiaire dans la synthèse de l'agent hypertenseur Eprosartan. Puisque l'un des composants d'alimentation de cette réaction se vend à un prix très cher, il donc est intéressant au point de vue économique de déterminer les meilleures conditions de fonctionnement permettant de maximiser la production du produit voulu tout en réduisant au maximum la consommation du ce composant à acheter. Pour ce procédé, il faut appliquer ces conditions de fonctionnement en boucle ouverte car il n'y a pas de mesures en ligne disponibles.

Dans ce travail, la stratégie d'optimisation dynamique en boucle ouverte est développée pour le procédé de polymérisation par ouverture de cycle du lactide. Le but est de calculer les débits d'entrée optimaux du catalyseur et du co-catalyseur afin de compenser les déviations dues à un changement soudain de la contamination. L'objectif de l'optimisation est de maintenir les propriétés requises, principalement la masse molaire du polymère, et la conversion souhaitée à la sortie du procédé.

4.3.1 Formulation mathématique de l'optimisation du procédé de PLA

Comme mentionné précédemment, les deux sorties qui seront considérées ici sont la conversion à la sortie du réacteur en boucle X_2 et la différence de pression entrée-sortie dans le réacteur en boucle $\Delta\Phi_2$. Quant aux variables manipulées, elles sont le catalyseur (ppm_{cat}), qui sera noté par la suite par u_1 , et le co-catalyseur (meq_{ROH}), qui sera noté par la suite par u_2 . Ces entrées peuvent contenir des impuretés, qui sont supposées être mesurées dans cette partie avec un retard égal à l'horizon d'échantillonnage. Cela peut se faire par titrage ou par chromatographie en phase gazeuse. La stratégie d'optimisation proposée ne nécessite pas la mesure des sorties du procédé.

Le but de l'optimisation dynamique est de déterminer un profil de contrôle qui minimise (ou maximise) une fonction objective définie sous contraintes. A chaque période d'échantillonnage N_S , le système est simulé à partir de son état actuel sur un horizon de prédiction

N_P avec une procédure d'optimisation pour calculer les entrées optimales (le débit du catalyseur et du co-catalyseur).

Dans ce travail, notre objectif de minimisation est la différence entre les sorties du modèle et les valeurs de consignes sur N_P , et cela sans avoir utilisé aucune sortie mesurée (voir figure 4.7). Le critère suivant est défini pour calculer les entrées $U = [u_1 ; u_2]$ (qui sont respectivement le débit du catalyseur et du co-catalyseur) qui minimisent la différence entre les deux prédictions de modèle $Y = [X_2 ; \Delta\Phi_2]$ et les consignes (sets-points en anglais) $Y_{set} = [X_{2set} ; \Delta\Phi_{2set}]$:

$$\min_{U[t ; t+N_P]} J = \left[\frac{|X_2 - X_{2set}|}{X_{2set}} + \frac{|\Delta\Phi_2 - \Delta\Phi_{2set}|}{\Delta\Phi_{2set}} \right]$$

soumis aux modèle du procédé,

$$U_{lb} \leq U \leq U_{ub}.$$
(4.26)

Cette optimisation est résolue à chaque période d'échantillonnage N_S , sur un horizon de prédiction $[t ; t + N_P]$. U_{ub} et U_{lb} sont respectivement les limites supérieure et inférieure pour les deux données. Notez qu'il est nécessaire d'avoir un horizon de prédiction supérieur au temps de séjour du procédé, c'est-à-dire $N_P > (t_{R2} + t_{R1})$. En effet, la nature distribuée du procédé crée un retard dans la réponse du procédé à un changement au niveau des entrées. Si nous modifions une entrée sans simuler pendant une période suffisamment longue, cela n'aura pas d'impact significatif sur les sorties à optimiser et donc l'optimisation ne sera pas efficace. Pour cette raison, l'horizon de prédiction est fixé à $N_P = 1h$. Il est supposé que les entrées sont constantes sur N_P , mais une nouvelle valeur de chaque entrée est appliquée

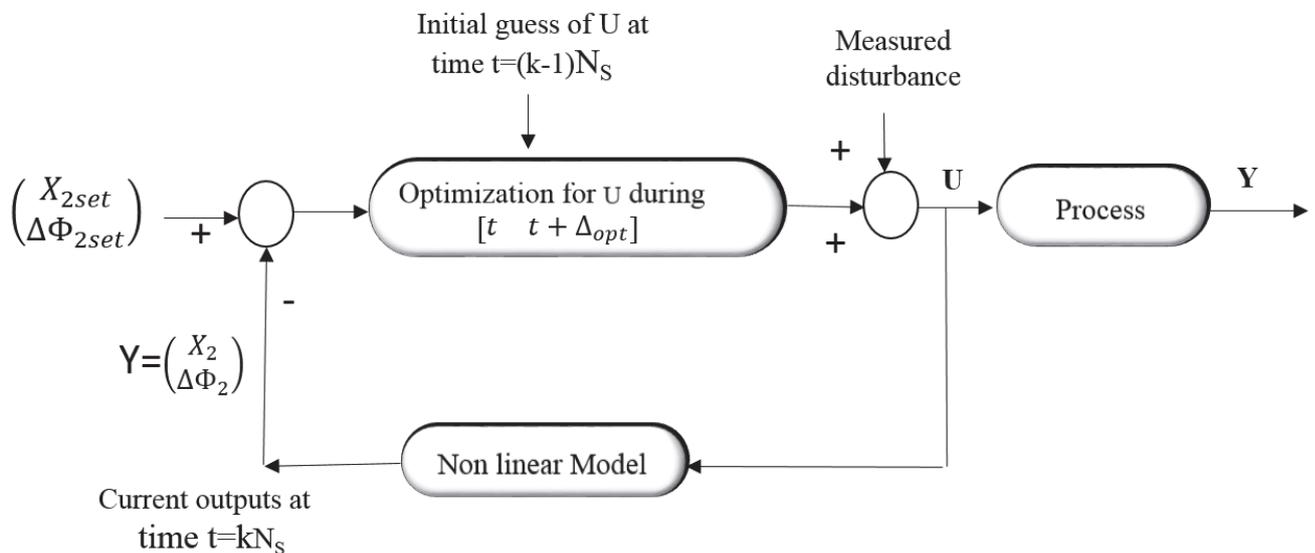


FIGURE 4.7 – Schéma de principe de l'optimisation dynamique en boucle ouverte.

au procédé à chaque période d'échantillonnage qui est beaucoup plus court ($N_S=10 \text{ min}$). Le choix de N_S est fait de manière à assurer la disponibilité de la mesure des impuretés et la réalisation du calcul d'optimisation. La fonction d'optimisation MATLAB, "**lsqnonlin**" est utilisée dans la simulation. Pour chaque nouvelle optimisation dans la boucle, la valeur initiale de $U(t)$ sera mise à la valeur de la dernière solution optimale.

4.3.2 Résultats de simulations

Les consignes sont les suivantes : la conversion à la sortie du réacteur à boucle, $X_{set} = 0,6887$ et la masse molaire finale du polymère à la sortie du troisième réacteur tubulaire, $Mw_{3,out} = 2 ; 10^5 g.mol^{-1}$. Ces conditions correspondent à une chute de pression dans le réacteur en boucle égale à $\Delta\Phi_{set} = 0.1419$. En effet, la chute de pression est déterminée par la viscosité du milieu, qui est une fonction de la masse molaire et de la conversion.

Les valeurs d'entrée, u_1 et u_2 , devaient respecter les limites inférieure et supérieure suivantes :

$$0.1 \leq u_1 \leq 150 \text{ ppm} \quad (4.27)$$

$$0.1 \leq u_2 \leq 15 \text{ mmol kg}^{-1} \quad (4.28)$$

Dans ce qui suit, les figures sont tracées en fonction de τ , qui est le ratio adimensionnel du temps réel t au temps de séjour dans le réacteur en boucle, t_{R2} (c'est-à-dire $\tau = \frac{t}{t_{R2}}$). Dans tous les scénarios, le modèle est d'abord simulé sur 20 τ pour arriver à l'état d'équilibre (avec $u_1 = 27.5 \text{ ppm}$, $u_2 = 7 \text{ mmol kg}^{-1}$ et $meq_{COOH} = 5 \text{ mmol kg}^{-1}$). Ensuite, une modification du niveau des impuretés acides dans l'aliment est effectuée, Δmeq_{COOH} , ce qui permet de faire mimer l'effet de la concentration des impuretés sur les monomères, dans le sens positif et dans le sens négatif. L'approche d'optimisation est comparée au contrôleur PI (Eq. (4.22)-Eq. (4.23)), mais les conditions de simulations de deux stratégies ne sont pas les mêmes :

- 1) **Les conditions de simulation pour le PI** : nous supposons que les sorties soient mesurées en ligne chaque minute et que les entrées calculées sont aussi implémentées chaque minute.
- 2) **Les conditions de simulation pour l'optimisation** : nous supposons que seulement la perturbation est mesurée avec un retard de 10 *min*. L'optimisation dynamique est résolue (Eq. (4.26)) pour obtenir le profil de débit d'entrée optimal du catalyseur et du co-catalyseur en minimisant la fonction de coût J dans le cas de cette perturbation. La simulation a été effectuée pendant un horizon de prédiction $N_P = 60 \text{ min}$. Le

nouveau profil de débit optimal a été calculé et implémenté toutes les 10 min ($N_S = 10$ min).

4.3.2.1 Réponse aux perturbations positives

Différents niveaux de perturbations positives sont supposés être présents dans les débits d'entrée. La valeur nominale est $d = meq_{COOH} = 5 \text{ mmol mmol kg}^{-1}$, auquel s'ajoutent des perturbations d'ordre 1, 3, 4 et 5 mmol kg^{-1} ($d = 5 + \Delta meq_{COOH}$). La figure 4.8 compare les résultats de la conversion du monomère obtenus, X_2 , par l'optimisation et le contrôleur PI spécifique (Eq. (4.22)-Eq. (4.23)) (Costa and Trommsdorff (2016)). Dans ces simulations, il apparaît que la stratégie d'optimisation a une performance légèrement supérieure à celle du contrôleur PI, car elle rejette mieux les perturbations et permet de récupérer plus rapidement l'état nominal.

Des perturbations beaucoup plus élevées ont été considérées dans la figure 4.9 : 5, 10, 12,

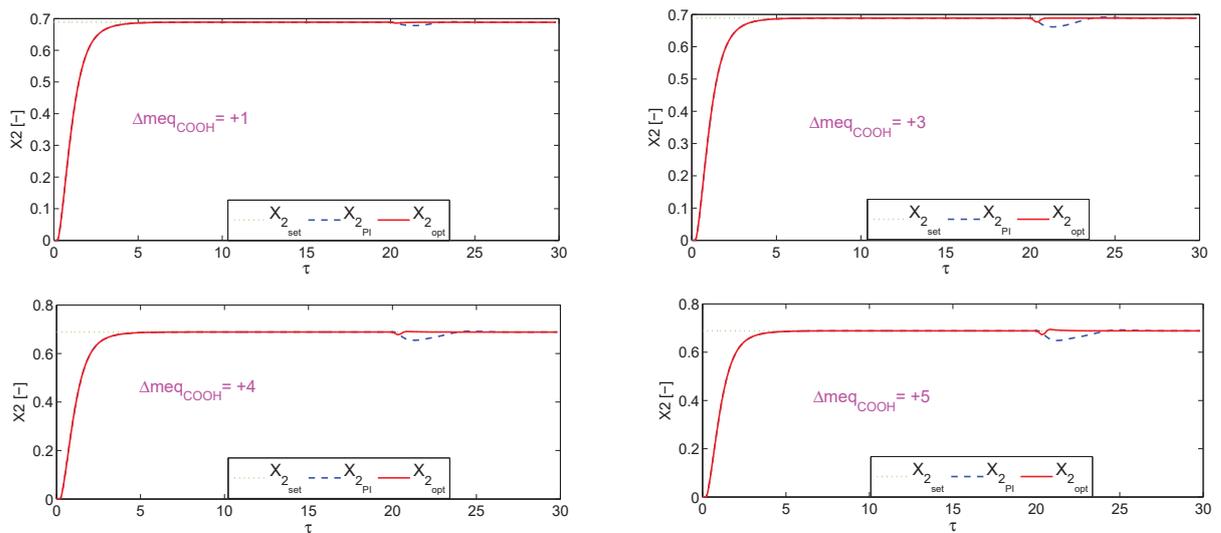


FIGURE 4.8 – Evolution temporelle du X_2 en présence de différents niveaux de perturbations positives.

14 mmol kg^{-1} . Plus la perturbation est élevée, plus l'impact sur la chute de pression est important, $\Delta\Phi_2$, et il faut alors plus de temps pour revenir à l'état nominal. Dans ce cas, la stratégie d'optimisation permet d'obtenir un comportement beaucoup plus efficace par rapport au régulateur PI.

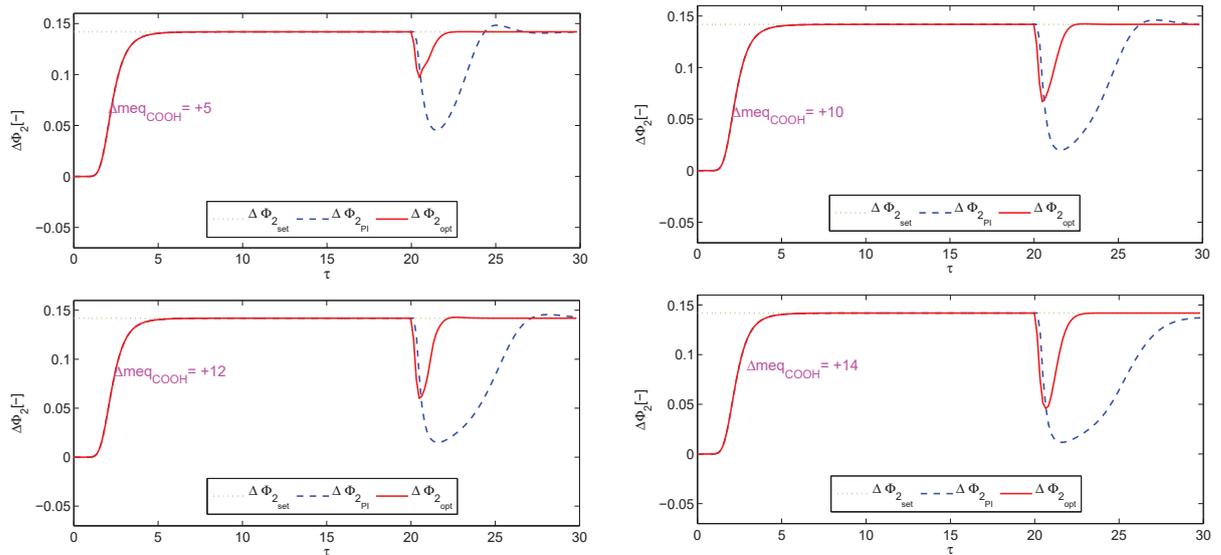


FIGURE 4.9 – Evolution temporelle de la chute de pression $\Delta\Phi_2$ en présence de différents niveaux de perturbations positives.

4.3.2.2 Réponse aux perturbations negatives

La réaction de l'optimisation et du contrôleur PI aux différents niveaux de perturbations négatives a également été étudiée (-1, -3, -4 et -5 $mmol\ kg^{-1}$). La figure 4.10 montre que dans ce cas, un comportement presque similaire est observé à la fois par l'optimisation et par le contrôleur PI en termes de conversion de monomère, X_2 . En effet, les deux sont capables de rejeter la perturbation dans un temps assez court.

La figure 4.11 compare les résultats de la chute de pression, $\Delta\Phi_2$, obtenus par l'optimisation et par le contrôleur PI pour les mêmes niveaux d'impuretés négatives. Nous voyons que la déviation est plus importante dans le cas du PI que dans le cas de la stratégie d'optimisation. Rappelons que les entrées obtenues par l'optimisation ont été implémentées toutes les 10 *min* alors que celles obtenues par le PI sont implémentées chaque minute. Ce choix a été fait parce que le contrôleur PI s'exécute plus rapidement et il est basé sur des mesures qui sont supposées être disponibles à chaque minute, tandis que l'optimisation est basée sur la mesure des perturbations qui sont supposées être disponibles avec un retard de 10 *min*. Donc la réponse du contrôleur PI est envoyée au procédé plus rapidement, mais ça n'a pas été suffisant pour mieux compenser la déviation.

4.3.3 Off-spec time

Les deux stratégies ont été comparées en fonction de leur capacité à minimiser le temps hors spécifications (Off-spec time (τ_{off}), en anglais). Le τ_{off} définit la période pendant laquelle la

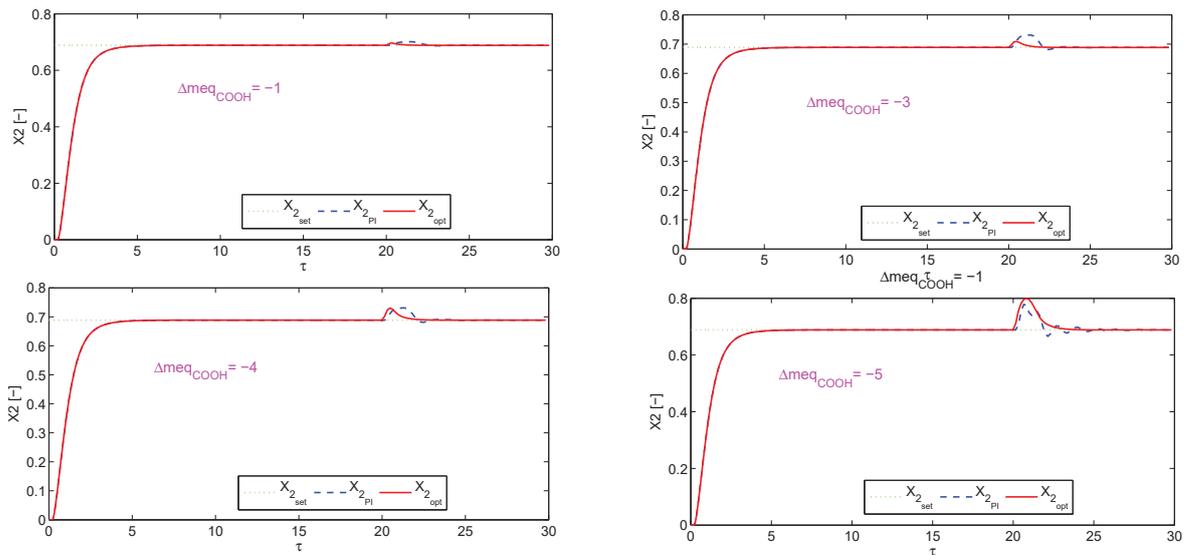


FIGURE 4.10 – Evolution temporelle de X_2 en présence de différents niveaux de perturbations négative.

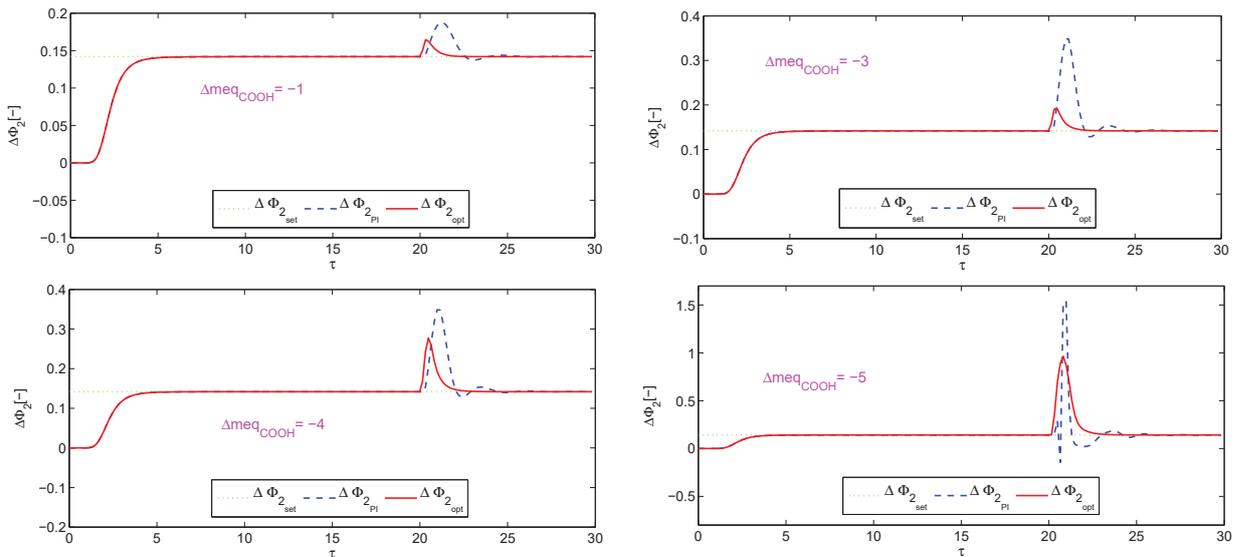


FIGURE 4.11 – Evolution temporelle de la chute de pression $\Delta\Phi_2$ en présence de différents niveaux de perturbations négative.

masse molaire du polymère à la sortie du troisième réacteur tubulaire, Mw_3 , est différent de plus que 2.5% de la valeur désirée Mw_{3set} en présence d'une perturbation. L'optimisation permet toujours de récupérer les conditions nominales plus rapidement que le contrôleur PI, et donc un τ_{off} réduits (figure 4.12). Cela reflète une plus grande robustesse contre les perturbations.

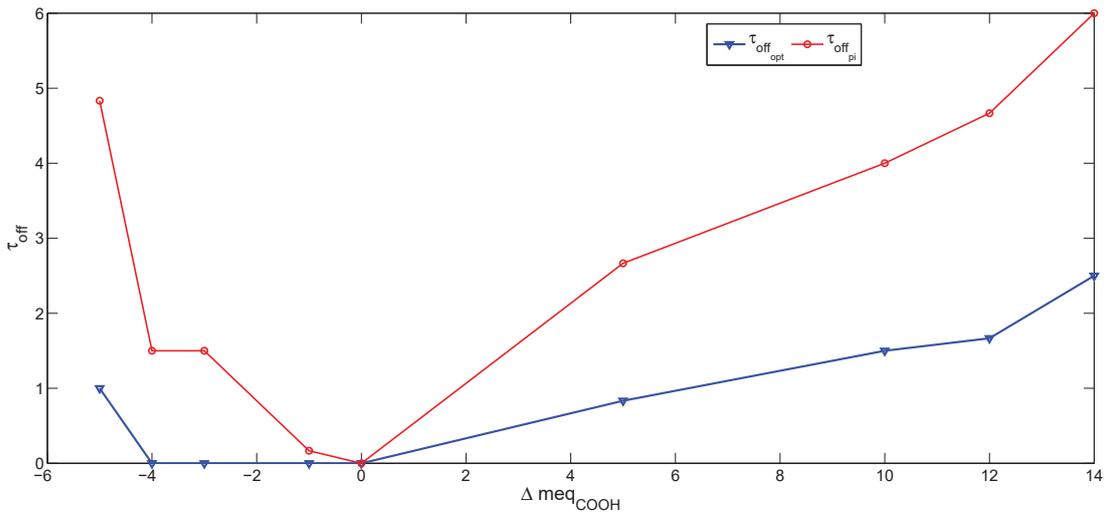


FIGURE 4.12 – Comparaison de l'optimisation et du contrôleur PI en termes de τ_{off} avec différents niveaux de perturbations : optimisation (triangles), PI (cercles).

Il est important de noter quelques différences entre les deux méthodes, PI et l'optimisation : le contrôleur PI est basé sur des mesures en ligne de la conversion du monomère et de la chute de pression et suppose que le niveau de perturbation est inconnu. Cependant, la stratégie d'optimisation proposée n'est pas basée sur les mesures des sorties, mais elle suppose que nous mesurons le niveau de perturbations. L'implémentation du contrôleur PI est rapide à exécuter en ligne. Il a également l'avantage d'être indépendant du modèle et peut donc être appliqué rapidement à un système avec de nouveaux catalyseurs par exemple. Cependant, la stratégie de découplage proposée par la stratégie de PI est spécifique à ce système (c.-à-d. le cas où une masse molaire polymère étroitement liée à la conversion du monomère) et elle n'est pas destinée à être appliquée d'une manière générale aux autres systèmes. De plus, il ne tient compte que de la saturation des entrées (principalement la limite inférieure de U).

La stratégie d'optimisation tient compte du couplage, de la non-linéarité et du retard. Cependant, elle est plus longue à exécuter, car le temps de simulation était compris entre 96s et 477s selon la perturbation (c'est-à-dire le temps nécessaire pour réaliser une simulation sur un horizon de prédiction $N_P = 60 \text{ min}$) qui doit être réalisée à chaque période d'échantillonnage ($N_S=10 \text{ min}$). Mais, elle peut être réalisée en ligne.

Malgré la très bonne performance de la technique d'optimisation, elle suppose que le modèle du procédé est parfaitement défini et que les perturbations dans l'alimentation en monomère sont bien mesurées. Cependant, d'autres types de perturbations peuvent affecter le procédé

et le modèle peut ne pas être parfaitement identifié. Il est donc intéressant d'employer une stratégie basée sur les sorties mesurées du procédé qui reflètent mieux l'impact des différents types de perturbations. Un contrôleur plus sophistiqué, tel que la commande prédictive, est plus adapté pour prendre en compte les différents types de perturbations ainsi que les erreurs de modélisation. Comme il est mentionné précédemment, la capacité de la MPC à manipuler les procédés MIMO (multiple input and multiple output) avec une dynamique couplée et sous contrainte, nous a motivés à l'utiliser dans ce travail pour contrôler le procédé PLA.

Dans le paragraphe suivant, la méthode MPC sera présentée.

4.4 La commande prédictive

4.4.1 Formulation mathématique de la MPC pour la commande du procédé de PLA

Dans cette partie, la commande prédictive est utilisée pour déterminer les deux entrées $U = [u_1 ; u_2]$ qui servent à minimiser la différence entre les deux prédictions de modèle $Y_m = [X_2 ; \Delta\Phi_2]$ et les consignes. Les entrées de commande sont considérées constantes tout au long de l'horizon de prédiction, c'est-à-dire que l'horizon de contrôle N_c est réduit à 1 et donc une seule valeur de U est à déterminer. Aucune contrainte sur les variations des entrées n'était imposée c'est-à-dire que nous avons considéré que $R = 0$, mais, des contraintes sur les valeurs limites ont été imposées. Le critère de performance à minimiser J , Eq. (1.129), devient :

$$\begin{aligned} \min_{U[k \ k+N_P]} J_k &= \sum_{i=k+1}^{k+N_p} \|y_r(i) - y_m(i)\|_Q^2 \\ \text{subject to } U_{lb} &\leq U \leq U_{ub}. \end{aligned} \quad (4.29)$$

La commande prédictive utilise seulement les sorties de procédé réel qui sont supposé déterminées en ligne toute les 5 *min*, par contre, les perturbations ne sont pas mesurées comme le cas de la stratégie d'optimisation dynamique. Pour cela, une méthode pour estimer ces perturbations est d'abord développée, pour que l'on puisse ensuite les mettre en œuvre afin d'améliorer le comportement de la MPC comme se présente à la figure 4.13. En effet, sans cette estimation, le comportement du MPC n'était pas satisfaisant.

4.4.2 Estimation de la perturbation

Le modèle du procédé non linéaire est utilisé pour générer les données d'entrée-sortie tout en faisant varier la valeur de la perturbation Δmeq_{COOH} en tant qu'entrée dans les deux sens positif et négatif puis nous enregistrons la variation de deux sorties X_2 et $\Delta\Phi_2$. La variation en $\Delta\Phi_2$ est apparue plus significative que X_2 quand nous varions Δmeq_{COOH} , nous l'avons alors choisi pour estimer la perturbation. Les deux courbes de Δmeq_{COOH} en fonction de la variation de $\Delta\Phi_2$ dans le cas d'une perturbation positive et négative sont données respectivement aux figure 4.14 et figure 4.15.

La routine **cf tool** de MATLAB a été utilisée pour déterminer une équation qui présente ces courbes. Pour le cas d'une perturbation positive, il s'agit d'une fonction polynomiale du

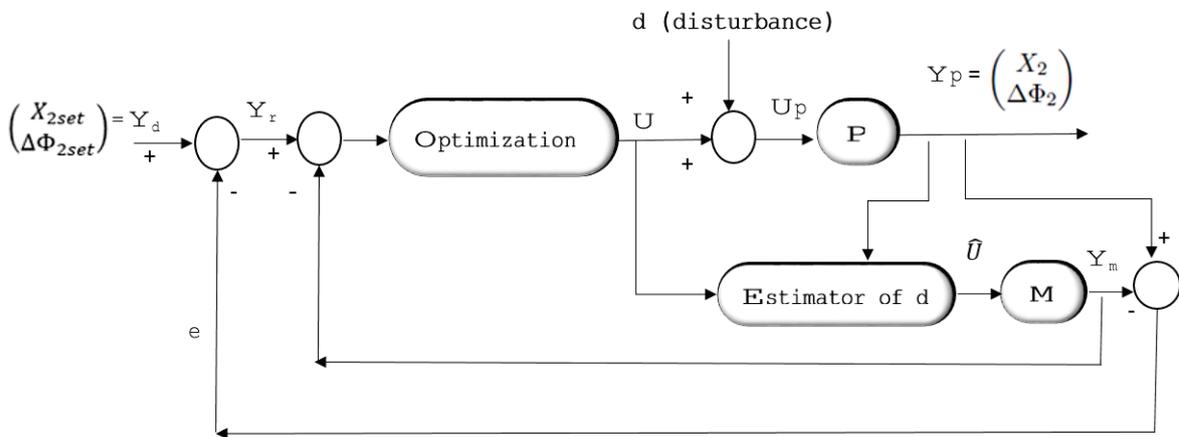


FIGURE 4.13 – La MPC non linéaire avec estimateur.

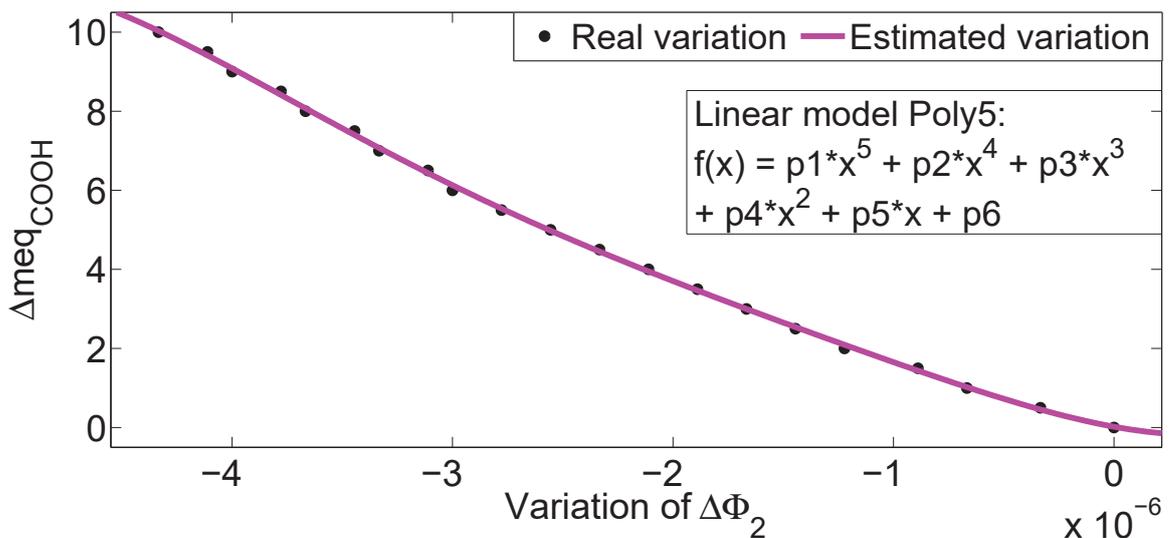


FIGURE 4.14 – La pente de variation $\Delta\Phi_2$ en fonction d'une variation positive de la perturbation.

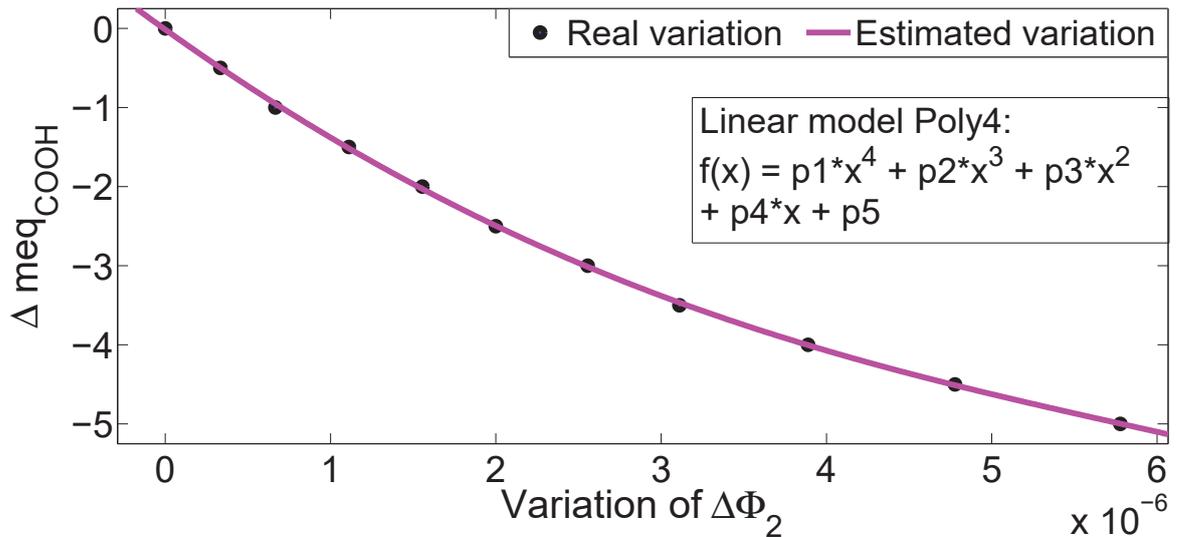


FIGURE 4.15 – La pente de variation $\Delta\Phi_2$ en fonction d’une variation négative de la perturbation.

cinquième degré.

Tandis que pour le cas négative, c’est une fonction polynomiale du quatrième degré qui caractérise la variation de $\Delta meq_{COOH} = f(\text{variation de } \Delta\Phi_2)$.

Nous avons utilisé ensuite ces équations pour estimer la perturbation lorsqu’un changement au niveau des sorties se produit, qui a été incorporée dans le procédé d’optimisation de la MPC.

4.4.3 Implémentation de la MPC

La perturbation ne peut être estimée qu’après 15 *min* de son apparition. En effet, avant 15 *min*, aucun impact sur les sorties ne peut être observé. Ainsi, durant les premiers 15 *min*, u_1 et u_2 ont été fixées à leur valeur nominale. Ensuite, à partir de $t = 15 \text{ min}$, l’optimisation de la MPC est effectuée (Eq. (4.29)), où $N_c = 1$, $N_p = 40$ et $N_S = 5 \text{ min}$) en utilisant les perturbations estimées.

1. Réponse aux perturbations positives

Même sans avoir de mesure directe de différentes perturbations, la figure 4.16 montre que la commande prédictive est capable de récupérer l’état nominal de la conversion du monomère X_2 dans un temps plus court que le contrôleur PI modifié proposé par (Costa and Trommsdorff (2016)).

La figure 4.17 montre que la stratégie MPC fournit de meilleures performances que le contrôleur PI, même dans le cas où la perturbation est plus importante. Elle permet aussi

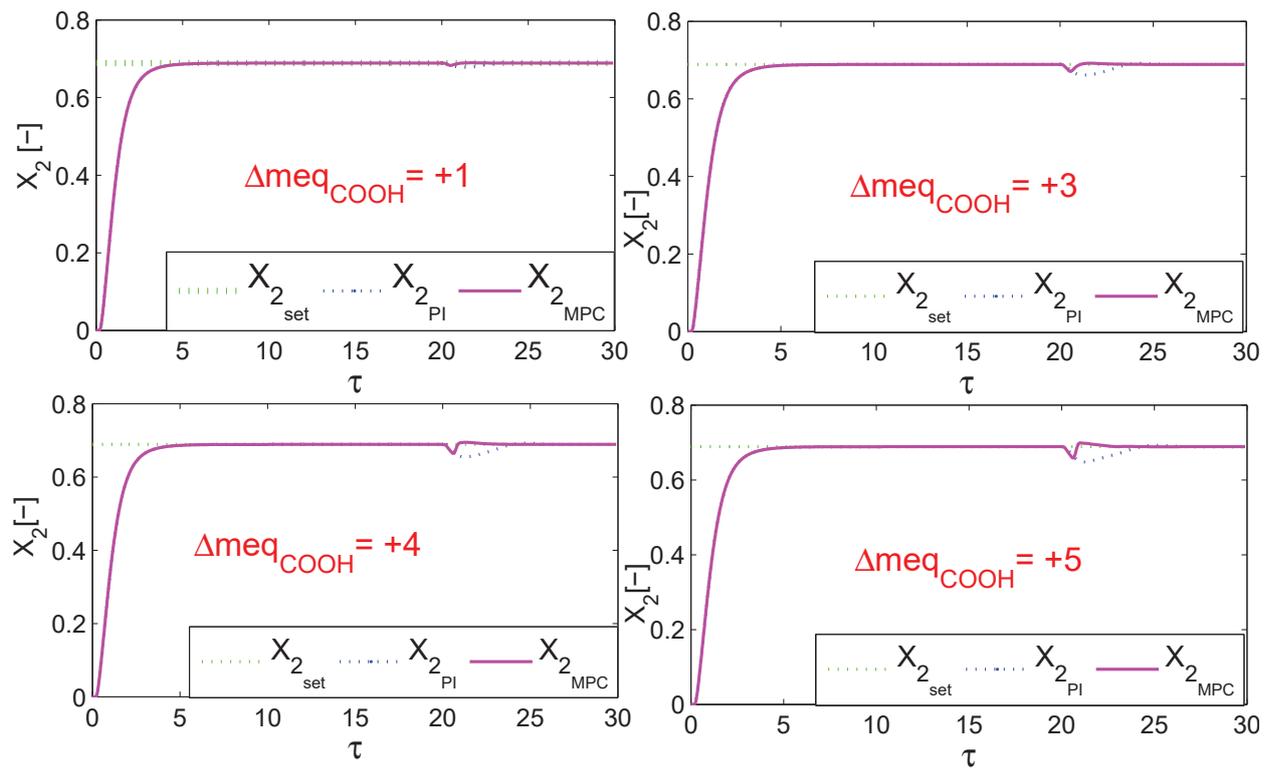


FIGURE 4.16 – Evolution temporelle de X_2 en présence de différentes perturbations positives.

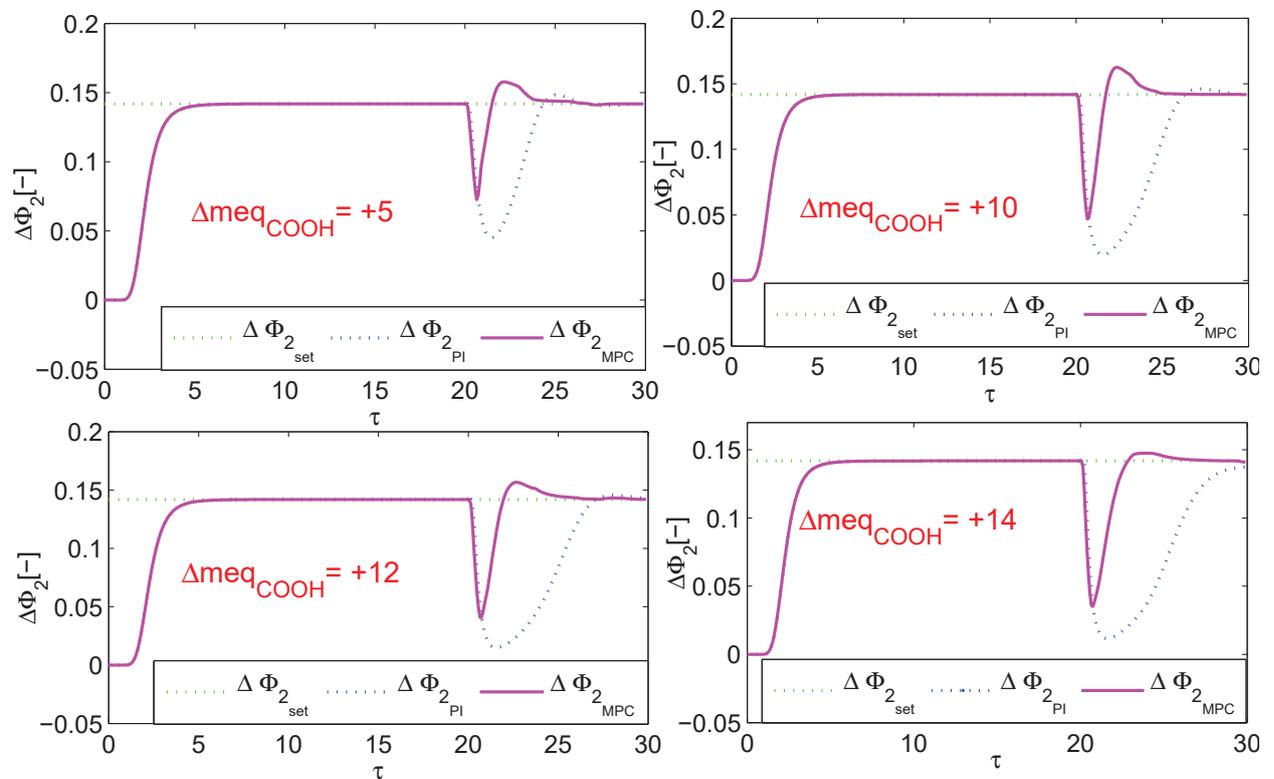


FIGURE 4.17 – Evolution temporelle de $\Delta\Phi_2$ en présence de différentes perturbations positives.

de réduire la chute de pression $\Delta\Phi_2$ encore mieux que le régulateur PI.

2. Réponse aux perturbations négatives

Selon les courbes de la figure 4.18, les régulateurs MPC et PI présentent presque le même résultat en terme de la conversion X_2 dans le cas d'une perturbation négative.

Les résultats du $\Delta\Phi_2$ obtenus par la MPC et le contrôleur PI pour les mêmes niveaux d'impuretés négatives sont aussi comparés à la figure 4.19. Pour les quatre perturbations négative considérées, les déviations maximales du $\Delta\Phi_2$ obtenues par la commande prédictive sont deux fois inférieures à celles obtenues par le PI. Aussi, le temps nécessaire pour rétablir les conditions nominales est deux fois inférieure. Même avec une implantation plus rapide du contrôleur PI (tous les 1 *min*), cela n'a pas permis de compenser la déviation mieux que la commande prédictive où les entrées obtenues sont appliquées à chaque 5 *min*.

3. Off-spec time

Les deux stratégies ont été comparées par rapport à leur capacité à minimiser le off-spec time (figure 4.20). La MPC récupère toujours les conditions nominales plus rapidement que le PI, ce qui réduit la valeur de τ_{off} . Ceci reflète la robustesse de la MPC face aux perturbations.

Même si la MPC est plus long à exécuter que l'optimisation dynamique et le contrôleur PI,

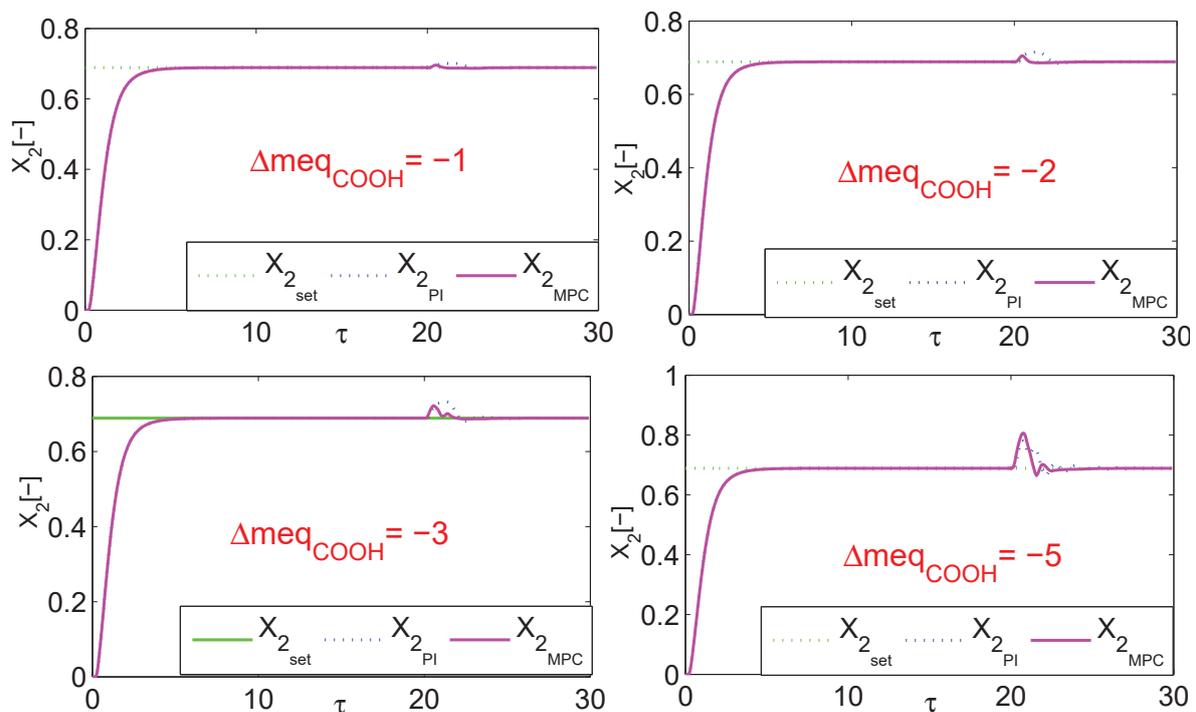


FIGURE 4.18 – Evolution temporelle de X_2 en présence de différentes perturbations négatives.

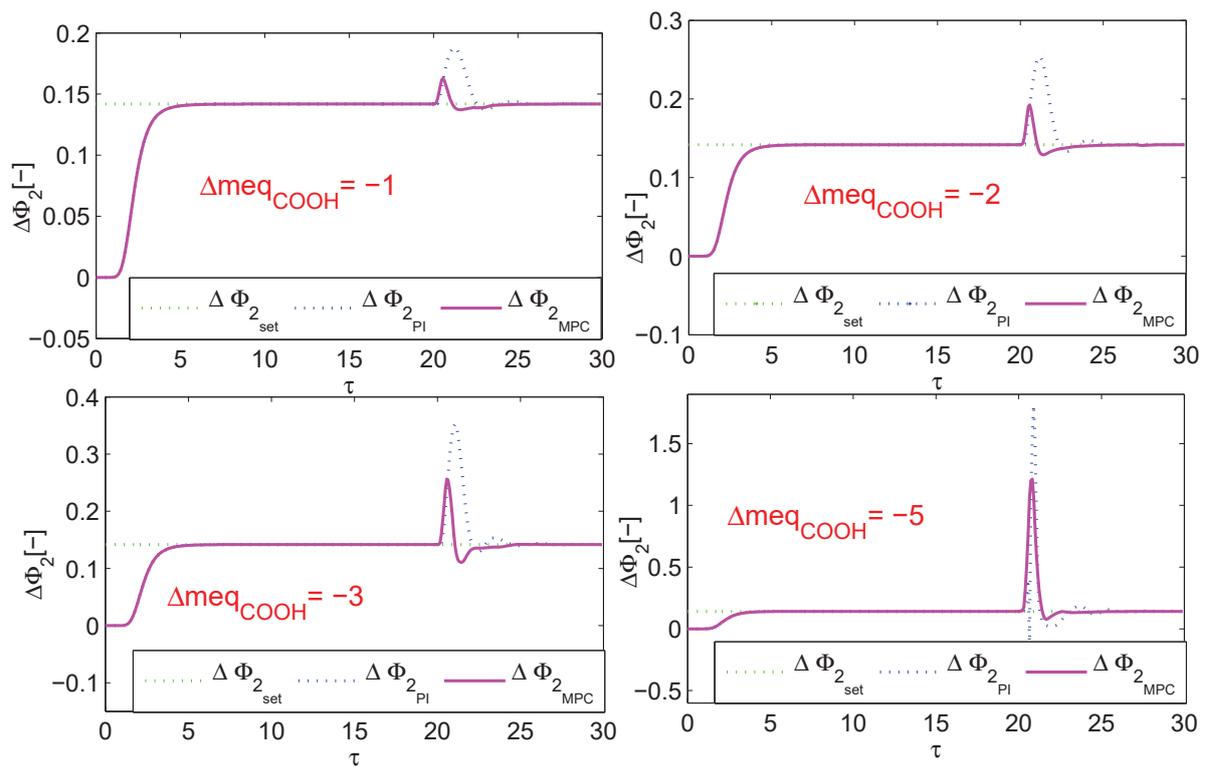


FIGURE 4.19 – Evolution temporelle de $\Delta\Phi_2$ en présence de différentes perturbations négatives.

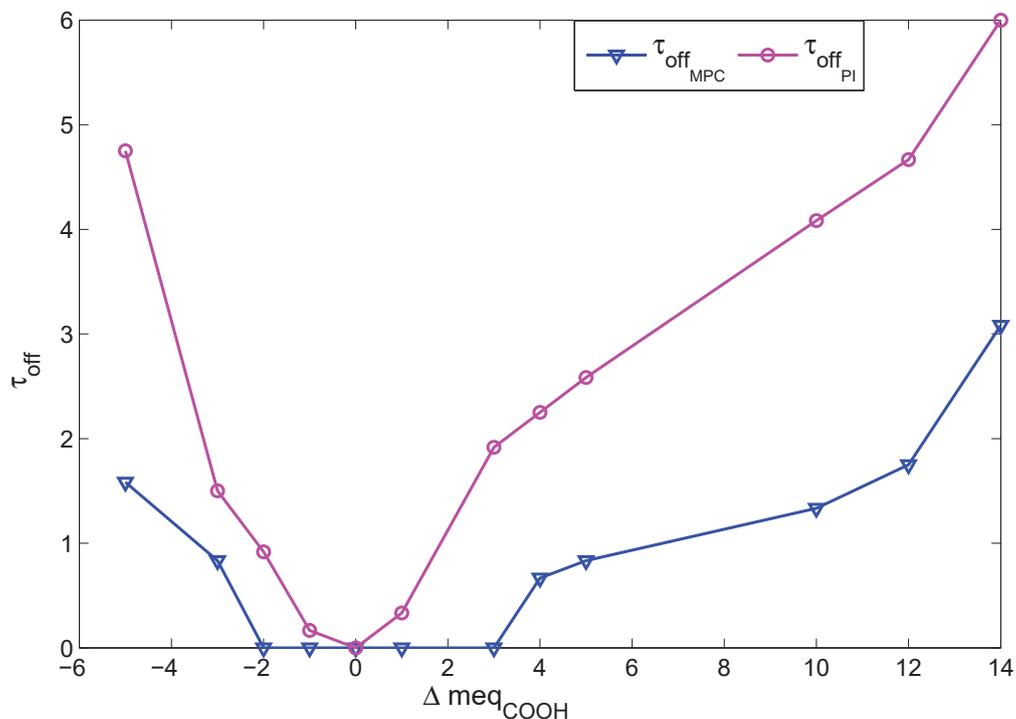


FIGURE 4.20 – Comparaison de l'optimisation et du contrôleur PI en termes de τ_{off} avec différents niveaux de perturbations : MPC (triangles), PI (cercles).

puisque le temps de simulation varie entre 761 secondes et 1916 secondes selon la perturbation, elle peut quand même être réalisée en ligne.

4.5 Conclusion

L'acide polylactique (PLA) est un plastique bio-sourcé et biodégradable très intéressant. Il est devenu très compétitif en tant qu'alternative écologique aux polymères non biodégradables. Le PLA est industriellement produit par la polymérisation par ouverture de cycle du Lactide. Cette réaction est très sensible aux impuretés qui affectent les propriétés du polymère. La modélisation de ce procédé de polymérisation a été introduit dans ce chapitre. Le modèle est décrit par des équations aux dérivées partielles et la commande se fait aux frontières, en agissant sur le débit d'ajout de catalyseur et de co-catalyseur. Il s'agit d'un système fortement non linéaire avec une dynamique couplée. Trois stratégies de contrôle ont été discutées : le contrôleur proportionnel-intégral, l'optimisation dynamique et la commande prédictive. Les objectifs de contrôle sont liés à la productivité du procédé (conversion des monomères) et à la qualité du produit (masse molaire). Les différentes stratégies employées ont des avantages et des limitations différentes.

Le contrôleur PI a l'avantage d'être rapide à mettre en œuvre, indépendant du modèle du procédé et ne nécessite que la mesure en ligne des sorties. La modification proposée au niveau de l'erreur s'est avérée gérer de manière satisfaisante le couplage. Toutefois, elle ne tient pas en compte implicitement les contraintes sur les entrées.

La stratégie d'optimisation dynamique proposée est en boucle ouverte et nécessite une bonne connaissance du modèle du procédé et des entrées (y compris les perturbations), mais elle ne nécessite pas la mesure de la sortie. Elle a l'avantage de prendre en compte le couplage, la non-linéarité et les contraintes. Cependant, il n'est pas robuste aux erreurs de modélisation ou aux perturbations non mesurées.

La commande prédictive non linéaire est basée sur le modèle du procédé et les sorties. Elle peut gérer le couplage, la non-linéarité et les contraintes. Il a l'avantage d'être plus robuste aux erreurs de modélisation et aux perturbations que l'optimisation en boucle ouverte, grâce à son utilisation des sorties mesurées. Cependant, dans ce travail, il a été constaté qu'une estimation de la perturbation est nécessaire pour améliorer la performance de la MPC. C'est pourquoi cette optimisation ne permet d'implémenter une nouvelle entrée dans le procédé que toutes les 10 *min* dans le cas de l'optimisation dynamique et 5 *min* dans le cas de la MPC. Alors que les mesures ne sont nécessaires qu'à ces moments (c'est-à-dire à une fréquence inférieure à celle de la commande avec le PI). Ceci permet de conclure que la mesure

Chapitre 4. Contrôle d'un procédé de polymérisation par ouverture de cycle du lactide

ou l'estimation de la perturbation est le principal paramètre à incorporer dans le modèle qui a fait que le comportement de l'optimisation dynamique et la MPC soient meilleur que celui du PI.

Conclusion générale et perspectives

L'objectif de notre travail était le contrôle des procédés décrits par des équations aux dérivées partielles. Deux procédés ont été étudiés : 1) un procédé de cristallisation en batch et 2) un procédé de polymérisation de l'acide polylactique.

Concernant le procédé de cristallisation, le but était la génération d'une distribution des tailles de cristaux (DTC) avec une taille moyenne donnée. Pour ce faire, nous avons d'abord donné les notions nécessaires pour comprendre la procédure de cristallisation. Nous avons également rappelé les principes de modélisation de ce processus afin d'obtenir un modèle mathématique suffisamment riche et fiable, permettant de représenter l'ensemble des phénomènes qui se produisent dans le cristalliseur. Ce modèle a été déterminé en se basant sur un bilan de population décrit par une équation dérivée partielle, le bilan de matière et le bilan énergétique caractérisés par des EDOs et les mécanismes de la nucléation, de la croissance et de la dissolution qui sont représentés par des équations algébriques non linéaires. Afin que le modèle soit exploitable numériquement, nous avons utilisé la méthode des différences finies pour évaluer la variation dynamique de la distribution totale. Cette méthode peut être confrontée à la méthode du moment dans le cas d'une distribution unimodale pour la comparaison de la taille moyenne obtenue par chaque méthode.

Ensuite, nous avons fait une synthèse d'un observateur à grand gain en cascade que nous avons utilisé pour estimer les quatre moments μ_0, μ_1, μ_2 et μ_3 . Cet observateur est formé par trois observateurs à grand gain en cascade. Les deux premiers ont été utilisés pour estimer la concentration en solide en utilisant les deux mesures de la concentration en soluté et celle de la température de cristalliseur. Le troisième observateur qui a été basé sur la concentration en solide estimée (qui est proportionnelle à μ_3), nous a permis d'estimer les trois moments μ_0, μ_1 et μ_2 . Les résultats de simulations ont montré l'intérêt de cet observateur et son efficacité. Il peut être donc utilisé pour des objectifs de contrôle ou de supervision en temps réel. Pour ce travail, l'estimation de ces trois moments nous a permis de prédire la taille moyenne des cristaux qu'on veut contrôler.

Par la suite, nous avons présenté les résultats des simulations suite à l'application de différentes structures de la commande sans modèle. Nous avons d'abord utilisé un PI intelligent et nous l'avons comparé avec le PI classique. Aussi bien en cas de perturbation qu'en cas des mesures bruitées, l'iPI a été plus performant que le PI classique. Cependant rien ne garantit la convergence si le paramètre F du modèle ultra-local sur lequel est basée cette commande n'est pas bien estimé. Ainsi, une deuxième version de MFC a été appliquée par la suite qui est une combinaison d'un iPI avec le mode glissant (iPISM). Cette méthode a été comparée avec l'iP associé à un filtre pour estimer ce paramètre F . L'iP a montré de meilleures performances par rapport au iPISM en termes d'erreur absolue moyenne et d'erreur quadratique moyenne. Aussi, la simplicité de la structure de l'iP qui nécessite qu'un seul paramètre de réglage favorise son utilisation.

Le deuxième procédé étudié dans ce travail de thèse a été un procédé de polymérisation par ouverture de cycle du lactide. Notre objectif était l'application d'une stratégie de contrôle pour restaurer les conditions nominales quand le système est affecté par des impuretés qui ont une influence importante sur les propriétés du polymère résultant.

Nous avons ainsi présenté ce procédé et détaillé comment se fait la synthèse du polylactide par polymérisation par ouverture de cycle du monomère de lactide amorcée par un catalyseur stanneux (carboxylate de Sn(II)). Par la suite, nous avons donné le modèle utilisé qui est décrit par des équations aux dérivées partielles. Pour résoudre numériquement ces EDP, nous avons utilisé la méthode des différences finies. Le modèle obtenu est fortement non linéaire avec une dynamique couplée. Le contrôle se fait aux frontières en manipulant les deux débits d'ajout de catalyseur et de co-catalyseur pour maintenir la conversion des monomères et la masse molaire à leurs valeurs désirées.

Un algorithme d'optimisation en boucle ouverte a été d'abord utilisé. Cet algorithme suppose que nous mesurons parfaitement les perturbations qui peuvent affecter le procédé. Nous avons comparé cette stratégie avec le PI classique avec une forme modifiée de l'erreur qui a été proposé par (Costa and Trommsdorff (2016)) pour pouvoir prendre en compte le couplage. Nous avons supposé que les débits d'entrée peuvent être affectés par différents niveaux de perturbations positives et négatives. Les résultats obtenus ont montré que l'optimisation est plus robuste aux différentes perturbations et rétablit en un temps plus court les conditions nominales par rapport au régulateur PI.

Cependant, l'optimisation qui a été réalisée en boucle ouverte demande une connaissance parfaite du modèle de processus, des entrées et des perturbations mais ne dépend pas de la mesure de deux sorties. Mais cela est impossible étant donné que d'autres types de pertur-

bations sont susceptibles d'affecter le processus et que le modèle du procédé ne peut être parfaitement bien défini. Pour cela, nous avons utilisé la commande prédictive.

Dans le cas du MPC, la perturbation est supposée inconnue, seules les deux sorties à contrôler sont mesurées. Ainsi, nous avons estimé cette perturbation puis nous avons utilisé cette valeur estimée pour améliorer le comportement du MPC. Cette stratégie a été également comparée avec le PI classique modifié (Costa and Trommsdorff (2016)). Le MPC a été aussi plus robuste aux perturbations que le PI et a permis de restaurer les conditions nominales plus rapidement.

Toutefois, il est apparu qu'une estimation de la perturbation est nécessaire pour améliorer la performance de la MPC. Cela nous amène à conclure que c'est la mesure ou l'estimation de la perturbation qui constitue le principal paramètre qui doit être introduit dans le modèle pour que le comportement de l'optimisation dynamique et de la MPC soit plus efficace et plus robuste que le comportement du PI.

En termes de perspectives, il sera intéressant de valider expérimentalement les différentes commandes qui ont été appliquées aux deux procédés afin de pouvoir valoriser notre travail en terme d'exploitation industrielle. Un autre objectif plus intéressant serait l'application des différentes structures de la commande sans modèle pour contrôler un procédé de cristallisation en semi-batch. Ce cas offre plusieurs variables de contrôle donnant ainsi des degrés de liberté supplémentaires. Concernant le procédé de polymérisation, il sera intéressant d'appliquer d'autres lois de commandes pour tenir en compte de la dynamique couplée du modèle et aussi du retard vu que le contrôle se fait aux frontières.

Bibliographie

- Aamir, E., Nagy, Z. K., Rielly, C. D., Kleinert, T., and Judat, B. (2009). Combined quadrature method of moments and method of characteristics approach for efficient solution of population balance models for dynamic modeling and crystal size distribution control of crystallization processes. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 48(18) :8575–8584. [41](#), [42](#), [52](#), [56](#), [57](#), [59](#)
- Abbas, A. and Romagnoli, J. A. (2006). Dcs implementation of optimal operational policies : a crystallisation case study. *International journal of computer applications in technology*, 25(4) :198–208. [3](#), [66](#)
- Abouaïssa, H., Fliess, M., and Join, C. (2017). On ramp metering : Towards a better understanding of a line via model-free control. *International Journal of Control*, 90(5) :1018–1026. [24](#)
- Abu Bakar, M. R., Nagy, Z. K., Saleemi, A. N., and Rielly, C. D. (2009). The impact of direct nucleation control on crystal size distribution in pharmaceutical crystallization processes. *Crystal Growth and Design*, 9(3) :1378–1384. [67](#)
- Achmad, F., Yamane, K., Quan, S., and Kokugan, T. (2009). Synthesis of polylactic acid by direct polycondensation under vacuum without catalysts, solvents and initiators. *Chemical Engineering Journal*, 151(1-3) :342–350. [106](#)
- Afsi, N., Bakir, T., Othman, S., and Sakly, A. (2018). Model-free control of a seeded batch crystallizer. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 96(6) :1306–1316. [6](#), [24](#), [77](#), [113](#)
- Afsi, N., Bakir, T., Othman, S., Sheibat-Othman, N., and Sakly, A. (2016). Estimation of the mean crystal size and the moments of the crystal size distribution in batch crystallization processes. In *Control Engineering & Information Technology (CEIT), 2016 4th International Conference on*, pages 1–6. IEEE. [6](#), [9](#), [68](#), [113](#)

- Afsi, N., Othman, S., Bakir, T., Costa, L. I., Sakly, A., and Sheibat-Othman, N. (July 2–4, 2019). Dynamic optimization of a continuous lactide ring-opening polymerization process. International Conference on Control, Automation and Diagnosis (ICCAD), 19th International Conference on, Grenoble, France. 6, 116
- Agarwal, M., Koelling, K. W., and Chalmers, J. J. (1998). Characterization of the degradation of polylactic acid polymer in a solid substrate environment. *Biotechnology progress*, 14(3) :517–526. 103
- Al Younes, Y., Drak, A., Noura, H., Rabhi, A., and El Hajjaji, A. (2014). Model-free control of a quadrotor vehicle. In *2014 International conference on unmanned aircraft systems (ICUAS)*, pages 1126–1131. IEEE. 67
- Alamir, M. (2013). *A pragmatic story of model predictive control : self-contained algorithms and case-studies*. CreateSpace Independent Publishing Platform. 37
- Alamir, M., Sheibat-Othman, N., and Othman, S. (2007). Constrained nonlinear predictive control for maximizing production in polymerization processes. *IEEE transactions on control systems technology*, 15(2) :315–323. 36
- Allgöwer, F. and Zheng, A. (2012). *Nonlinear model predictive control*, volume 26. Birkhäuser. 36
- Amgoune, A., Thomas, C. M., Roisnel, T., and Carpentier, J.-F. (2006). Ring-opening polymerization of lactide with group 3 metal complexes supported by dianionic alkoxy-amino-bisphenolate ligands : combining high activity, productivity, and selectivity. *Chemistry—A European Journal*, 12(1) :169–179. 105
- Arendt, K., Jradi, M., Shaker, H. R., and Veje, C. (2018). Comparative analysis of white-, gray-and black-box models for thermal simulation of indoor environment : Teaching building case study. In *Proceedings of the 2018 Building Performance Modeling Conference and SimBuild co-organized by ASHRAE and IBPSA-USA, Chicago, IL, USA*, pages 26–28. 22
- Arpornwichanop, A., Kittisupakorn, P., and Mujtaba, I. (2005). On-line dynamic optimization and control strategy for improving the performance of batch reactors. *Chemical Engineering and Processing : Process Intensification*, 44(1) :101–114. 66, 67

- Ashoori, A., Moshiri, B., Khaki-Sedigh, A., and Bakhtiari, M. R. (2009). Optimal control of a nonlinear fed-batch fermentation process using model predictive approach. *Journal of Process Control*, 19(7) :1162–1173. [36](#)
- Åström, K. J., Hägglund, T., and Astrom, K. J. (2006). *Advanced PID control*, volume 461. ISA-The Instrumentation, Systems, and Automation Society Research Triangle [78](#)
- Auras, R., Harte, B., and Selke, S. (2004). An overview of polylactides as packaging materials. *Macromolecular bioscience*, 4(9) :835–864. [103](#), [104](#)
- Aziz, N., Hussain, M., and Mujtaba, I. (2000). Performance of different types of controllers in tracking optimal temperature profiles in batch reactors. *Computers & Chemical Engineering*, 24(2-7) :1069–1075. [66](#)
- Bakir, T. (2006). *Estimation d'un procédé de cristallisation en batch*. PhD thesis, Université Claude Bernard-Lyon I. [41](#), [47](#), [57](#)
- Bakir, T., Othman, S., Fevotte, G., and Hammouri, H. (2006). Nonlinear observer of crystal-size distribution during batch crystallization. *AIChE journal*, 52(6) :2188–2197. [41](#), [52](#), [54](#), [56](#), [66](#), [74](#)
- Barazane, L., Kharzi, S., Malek, A., and Larbès, C. (2008). A sliding mode control associated to the field-oriented control of asynchronous motor supplied by photovoltaic solar energy. *Revue des Energies Renouvelables*, 11(2) :317–327. [32](#)
- Barrett, P., Smith, B., Worlitschek, J., Bracken, V., O'Sullivan, B., and O'Grady, D. (2005). A review of the use of process analytical technology for the understanding and optimization of production batch crystallization processes. *Organic Process Research & Development*, 9(3) :348–355. [64](#)
- Barth, J. M., Condomines, J.-P., Moschetta, J.-M., Join, C., and Fliess, M. (2018). Model-free control approach for fixed-wing uavs with uncertain parameters analysis. In *2018 23rd International Conference on Methods & Models in Automation & Robotics (MMAR)*, pages 527–532. IEEE. [22](#), [23](#)
- Bawa, K. K. and Oh, J. K. (2017). Stimulus-responsive degradable polylactide-based block copolymer nanoassemblies for controlled/enhanced drug delivery. *Molecular pharmaceuticals*, 14(8) :2460–2474. [104](#)

- Behtash, S. (1990). Robust output tracking for non-linear systems. *International Journal of Control*, 51(6) :1381–1407. [27](#)
- Benattia, S. E. (2016). *Robustification of Nonlinear Model Predictive Control-Application to sustainable development processes*. PhD thesis, Université Paris-Saclay. [36](#)
- Benlahrache, M. A., Othman, S., and Sheibat-Othman, N. (2017). Multivariable model predictive control of wind turbines based on laguerre functions. *Wind Engineering*, 41(6) :409–420. [37](#), [38](#)
- Bianchi, M., van der Maas, A., Maljaars, E., and Heemels, W. (2018). Offset-free mpc for resource sharing on a nonlinear scara robot. *IFAC-PapersOnLine*, 51(20) :265–272. [36](#)
- Biopolymers-Polyesters, I. (2002). Properties and chemical synthesis. *Doi, Y.* [106](#)
- Bohlin, M. and Rasmuson, A. C. (1992). Application of controlled cooling and seeding in batch crystallization. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 70(1) :120–126. [65](#)
- Boizot, N. (2010). *Adaptative high-gain extended Kalman filter and applications*. PhD thesis. [2](#), [16](#)
- Bombard, I., Da Silva, B., Dufour, P., Laurent, P., and Lieto, J. (2008). Contrôle par commande prédictive d'un procédé de cuisson sous infrarouge de peintures en poudre. [xi](#), [37](#)
- Bornard, G., Celle-Couenne, F., and Gilles, G. (1993). Systemes non-linéaires, vol. 1 : modélisation-estimation, chapter 5 : observation, observabilité. [2](#), [14](#)
- Bornard, G., Couenne, N., and Celle, F. (1989). Regularly persistent observers for bilinear systems. In *New trends in nonlinear control theory*, pages 130–140. Springer. [7](#), [15](#)
- Bounasla, N. (2018). *Commande par mode de glissement d'ordre supérieur de la machine synchrone à aimants permanents*. PhD thesis. [27](#)
- Braun, B., Dorgan, J. R., and Dec, S. F. (2006). Infrared spectroscopic determination of lactide concentration in polylactide : an improved methodology. *Macromolecules*, 39(26) :9302–9310. [113](#)
- Busawon, K. (1996). *Sur les observateurs des systèmes non-linéaires et le principe de séparation*. PhD thesis, Lyon 1. [13](#)

- Busawon, t. (1998). Observer design for a special class of nonlinear systems. *International Journal of Control*, 71(3) :405–418. [11](#)
- Carothers, W. H., Dorough, G., and Natta, F. v. (1932). Studies of polymerization and ring formation. x. the reversible polymerization of six-membered cyclic esters. *Journal of the American Chemical Society*, 54(2) :761–772. [103](#)
- Chamberlain, B. M., Cheng, M., Moore, D. R., Ovitt, T. M., Lobkovsky, E. B., and Coates, G. W. (2001). Polymerization of lactide with zinc and magnesium β -diiminate complexes : stereocontrol and mechanism. *Journal of the American Chemical Society*, 123(14) :3229–3238. [105](#)
- Chen, C. and Shaw, L. (1982). On receding horizon feedback control. *Automatica*, 18(3) :349–352. [36](#)
- Chen, T., Zhou, S., Ren, Z., and Xu, C. (2018). Optimal open-loop control for 2-d colloid transport in the dead-end microchannel. *IEEE Transactions on Control Systems Technology*. [116](#)
- Choe, Y. (2016). Intelligent pid controller and its application to structural vibration mitigation with mr damper. In *2016 14th International Conference on Control, Automation, Robotics and Vision (ICARCV)*, pages 1–6. IEEE. [25](#)
- Christofides, P. D., El-Farra, N., Li, M., and Mhaskar, P. (2008). Model-based control of particulate processes. *Chemical Engineering Science*, 63(5) :1156–1172. [64](#)
- Costa, L. I. and Trommsdorff, U. (2016). Control strategy and comparison of tuning methods for continuous lactide ring-opening polymerization. *Chemical Engineering & Technology*, 39(11) :2117–2125. [ix](#), [xiv](#), [xvi](#), [102](#), [103](#), [107](#), [108](#), [111](#), [112](#), [113](#), [114](#), [115](#), [116](#), [120](#), [126](#), [133](#), [134](#)
- Cott, B. J. and Macchietto, S. (1989). Temperature control of exothermic batch reactors using generic model control. *Industrial & engineering chemistry research*, 28(8) :1177–1184. [67](#)
- Crawford, L., Flaxman, S. R., Runcie, D. E., West, M., et al. (2019). Variable prioritization in nonlinear black box methods : A genetic association case study. *The Annals of Applied Statistics*, 13(2) :958–989. [22](#)

- Cutler, C. R. and Ramaker, B. L. (1980). Dynamic matrix control?? a computer control algorithm. In *joint automatic control conference*, number 17, page 72. [36](#)
- Dantas, A. D. O. d. S., Dantas, A. F. O. d. A., Campos, J. T. L., de Almeida Neto, D. L., and Dórea, C. E. T. (2018). Pid control for electric vehicles subject to control and speed signal constraints. *Journal of Control Science and Engineering*, 2018. [78](#)
- de Azevedo, J. R. (2014). *Etude de la cristallisation d'une nouvelle molécule à efficacité cardiotonique dans un mélange liquide ionique-eau*. PhD thesis. [xi](#), [47](#)
- de Jesús Rubio, J. (2017). Sliding mode control of robotic arms with deadzone. *IET Control Theory & Applications*, 11(8) :1214–1221. [27](#)
- Deza, F., Busvelle, E., Gauthier, J., and Rakotopara, D. (1992). High gain estimation for nonlinear systems. *Systems & control letters*, 18(4) :295–299. [16](#), [21](#)
- Doki, N., Kubota, N., Sato, A., and Yokota, M. (2001). Effect of cooling mode on product crystal size in seeded batch crystallization of potassium alum. *Chemical Engineering Journal*, 81(1-3) :313–316. [65](#)
- Dubey, S. P. (2016). Mathematical modelling and simulation of continuous, highly precise, metal/eco-friendly polymerization of lactide using alternative energies for reaction extrusion. [105](#)
- Edwards, C. and Spurgeon, S. (1998). *Sliding mode control : theory and applications*. Crc Press. [26](#)
- El Bazi, W. (2011). *Cristallisation discontinue et semi-continue de la glycine : Etude de l'influence d'un anti-solvant*. PhD thesis, Conservatoire national des arts et metiers-CNAM. [43](#), [44](#), [45](#)
- Emel' Yanov, S., Korovin, S., and Levantovskii, L. (1986). Higher-order sliding modes in binary control systems. In *Soviet Physics Doklady*, volume 31, page 291. [27](#)
- Emelyanov, S., Korovin, S., and Levantovskiy, L. (1986). A drift algorithm in control of uncertain processes. *PROB. CONTROL INFO. THEORY.*, 15(6) :425–438. [27](#)
- Farza, M., Busawon, K., and Hammouri, H. (1998). Simple nonlinear observers for on-line estimation of kinetic rates in bioreactors. *Automatica*, 34(3) :301–318. [3](#), [11](#), [19](#), [20](#), [21](#)

- Farza, M., Hammouri, H., Othman, S., and Busawon, K. (1997). Nonlinear observers for parameter estimation in bioprocesses. *Chemical Engineering Science*, 52(23) :4251–4267. [11](#), [20](#)
- Farza, M., M'Saad, M., and Rossignol, L. (2004). Observer design for a class of mimo nonlinear systems. *Automatica*, 40(1) :135–143. [20](#), [21](#)
- Feingesicht, M., Polyakov, A., Kerhervé, F., and Richard, J.-P. (2017). Sliding mode control for turbulent flows. *IFAC-PapersOnLine*, 50(1) :2690–2695. [27](#)
- Fliess, M. (2009). Model-free control and intelligent pid controllers : towards a possible trivialization of nonlinear control? *IFAC Proceedings Volumes*, 42(10) :1531–1550. [67](#)
- Fliess, M. and Join, C. (2013). Model-free control. *International Journal of Control*, 86(12) :2228–2252. [22](#), [23](#), [67](#)
- FLOQUET, T. (2000). *CONTRIBUTIONS A LA COMMANDE PAR MODES GLISSANTS D'ORDRE SUPERIEUR*. PhD thesis, UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIE DE LILLE. [30](#)
- Fossard, A. and Floquet, T. (2002). Introduction : an overview of classical sliding mode control. In *Sliding mode control in engineering*, pages 22–49. CRC Press. [27](#)
- Fossard, A. and Normand-Cyrot, D. (1993). *Systèmes non linéaires. 1. Modélisation, estimation*. Masson. [5](#)
- Fridman, L., Moreno, J., and Iriarte, R. (2011). Sliding modes after the first decade of the 21st century. *Lecture notes in control and information sciences*, 412 :113–149. [27](#), [28](#)
- Gamez-Garci, V., Flores-Mejia, H., Ramirez-Muñoz, J., and Puebla, H. (2012). Dynamic optimization and robust control of batch crystallization. *Procedia Engineering*, 42 :471–481. [67](#)
- Garcia, C. E., Prett, D. M., and Morari, M. (1989). Model predictive control : theory and practice—a survey. *Automatica*, 25(3) :335–348. [36](#)
- Garlotta, D. (2001). A literature review of poly (lactic acid). *Journal of Polymers and the Environment*, 9(2) :63–84. [104](#)
- Gauthier, J. and Bornard, G. (1981). Observability for any $u(t)$ of a class of nonlinear systems. *IEEE Transactions on Automatic Control*, 26(4) :922–926. [9](#), [16](#)

- Gauthier, J., Hammouri, H., and Kupka, I. (1991). Observers for nonlinear systems. In *[1991] Proceedings of the 30th IEEE Conference on Decision and Control*, pages 1483–1489. IEEE. [3](#), [18](#)
- Gauthier, J.-P., Hammouri, H., Othman, S., et al. (1992). A simple observer for nonlinear systems applications to bioreactors. *IEEE Transactions on automatic control*, 37(6) :875–880. [3](#), [9](#), [16](#), [17](#), [21](#)
- Gauthier, J.-P. and Kupka, I. A. (1994). Observability and observers for nonlinear systems. *SIAM journal on control and optimization*, 32(4) :975–994. [3](#), [9](#), [17](#), [21](#)
- Gédouin, P.-A., Delaleau, E., Bourgeot, J.-M., Join, C., Chirani, S. A., and Calloch, S. (2011). Experimental comparison of classical pid and model-free control : position control of a shape memory alloy active spring. *Control Engineering Practice*, 19(5) :433–441. [25](#)
- George, K. A., Schué, F., Chirila, T. V., and Wentrup-Byrne, E. (2009). Synthesis of four-arm star poly (l-lactide) oligomers using an in situ-generated calcium-based initiator. *Journal of Polymer Science Part A : Polymer Chemistry*, 47(18) :4736–4748. [113](#)
- Giaya, A. and Thompson, R. W. (2004). Recovering the crystal size distribution from the moment equations. *AIChE journal*, 50(4) :879–882. [56](#)
- Godlewski, E. and Raviart, P.-A. (2013). *Numerical approximation of hyperbolic systems of conservation laws*, volume 118. Springer Science & Business Media. [56](#)
- Grimble, M. and Johnson, M. (2013). Advanced textbooks in control and signal processing. [38](#)
- GUEZMIL, A. (2017). École nationale d’ingénieurs de monastir. [27](#), [29](#)
- Gupta, B., Revagade, N., and Hilborn, J. (2007). Poly (lactic acid) fiber : An overview. *Progress in polymer science*, 32(4) :455–482. [104](#)
- Hammouri, H. and de Leon Morales, J. (1990). Observer synthesis for state-affine systems. In *29th IEEE Conference on Decision and Control*, pages 784–785. IEEE. [7](#)
- Hammouri, H. and Farza, M. (2003). Nonlinear observers for locally uniformly observable systems. *ESAIM : Control, optimisation and calculus of Variations*, 9 :353–370. [3](#), [9](#), [18](#), [21](#)

- Hammouri, H., Kabore, P., Othman, S., and Biston, J. (2002). Failure diagnosis and non-linear observer. application to a hydraulic process. *Journal of the Franklin Institute*, 339(4-5) :455–478. [7](#), [15](#)
- Hammouri, H. and Morales, J. D. L. (1991). On systems equivalence and observer synthesis. In *New trends in systems theory*, pages 340–347. Springer. [2](#), [14](#)
- Harinath, E., Biegler, L., and Dumont, G. A. (2011). Control and optimization strategies for thermo-mechanical pulping processes : Nonlinear model predictive control. *Journal of Process Control*, 21(4) :519–528. [36](#)
- Hiltunen, K., Seppälä, J. V., and Härkönen, M. (1997). Effect of catalyst and polymerization conditions on the preparation of low molecular weight lactic acid polymers. *Macromolecules*, 30(3) :373–379. [106](#)
- Hmed, A. B., Bakir, T., Sakly, A., and Binczak, S. (2015). Controlling muscular force by functional electrical stimulation using intelligent pid. In *2015 16th International Conference on Sciences and Techniques of Automatic Control and Computer Engineering (STA)*, pages 75–79. IEEE. [22](#), [23](#)
- Hovorka, R., Canonico, V., Chassin, L. J., Haueter, U., Massi-Benedetti, M., Federici, M. O., Pieber, T. R., Schaller, H. C., Schaupp, L., Vering, T., et al. (2004). Nonlinear model predictive control of glucose concentration in subjects with type 1 diabetes. *Physiological measurement*, 25(4) :905. [36](#)
- Hu, Y., Daoud, W., Cheuk, K., and Lin, C. (2016). Newly developed techniques on polycondensation, ring-opening polymerization and polymer modification : Focus on poly (lactic acid). *Materials*, 9(3) :133. [105](#)
- Ichikawa, F., Kobayashi, M., Ohta, M., Yoshida, Y., Obuchi, S., and Itoh, H. (1995). Process for preparing polyhydroxycarboxylic acid. US Patent 5,440,008. [105](#)
- Jacobson, H. and Stockmayer, W. H. (1950). Intramolecular reaction in polycondensations. i. the theory of linear systems. *The Journal of chemical physics*, 18(12) :1600–1606. [105](#)
- Jones, A. (1974). Optimal operation of a batch cooling crystallizer. *Chemical Engineering Science*, 29(5) :1075–1087. [65](#)
- Jones, A., Budz, J., and Mullin, J. (1987). Batch crystallization and solid-liquid separation of potassium sulphate. *Chemical engineering science*, 42(4) :619–629. [64](#)

- Jones, A. G. and Mullin, J. (1974). Programmed cooling crystallization of potassium sulphate solutions. *Chemical Engineering Science*, 29(1) :105–118. [65](#)
- Kacker, R., Salvador, P. M., Sturm, G. S., Stefanidis, G. D., Lakerveld, R., Nagy, Z. K., and Kramer, H. J. (2015). Microwave assisted direct nucleation control for batch crystallization : Crystal size control with reduced batch time. *Crystal Growth & Design*, 16(1) :440–446. [22](#), [67](#)
- Kayacan, E., Saeys, W., Ramon, H., Belta, C., and Peschel, J. M. (2018). Experimental validation of linear and nonlinear mpc on an articulated unmanned ground vehicle. *IEEE/ASME Transactions on Mechatronics*, 23(5) :2023–2030. [38](#)
- Kerboua, A. (1999). *Commandes et observateur par mode de glissement : Application à une machine asynchrone alimentée en tension*. PhD thesis, Thèse de Magister, ENP, Algérie. [28](#)
- Kerschen, G., Worden, K., Vakakis, A. F., and Golinval, J.-C. (2006). Past, present and future of nonlinear system identification in structural dynamics. *Mechanical systems and signal processing*, 20(3) :505–592. [22](#)
- Kim, Y.-R., Sul, S.-K., and Park, M.-H. (1994). Speed sensorless vector control of induction motor using extended kalman filter. *IEEE Transactions on Industry Applications*, 30(5) :1225–1233. [2](#)
- KLEIN, J.-P., BOISTELLE, R., and DUGUA, J. (1994). Cristallisation industrielle. aspects pratiques. *Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés*, 3(J2788) :J2788–1. [43](#), [44](#), [46](#), [57](#)
- Kowalski, A., Duda, A., and Penczek, S. (2000). Kinetics and mechanism of cyclic esters polymerization initiated with tin (ii) octoate. 3. polymerization of 1, l-dilactide. *Macromolecules*, 33(20) :7359–7370. [106](#)
- Kricheldorf, H. R., Kreiser-Saunders, I., and Stricker, A. (2000). Polylactones 48. snoct2-initiated polymerizations of lactide : a mechanistic study. *Macromolecules*, 33(3) :702–709. [106](#)
- Lafont, F., Balmat, J.-F., Pessel, N., and Fliess, M. (2015). A model-free control strategy for an experimental greenhouse with an application to fault accommodation. *Computers and Electronics in Agriculture*, 110 :139–149. [67](#)

- LE POURHIET, A. (1988). Résolution numérique des équations aux dérivées partielles. Technical report, Cépadues-éditions. [59](#)
- LeVeque, R. J. et al. (2002). *Finite volume methods for hyperbolic problems*, volume 31. Cambridge university press. [56](#)
- Li, S., Wang, H., Tian, Y., Aitouch, A., and Klein, J. (2016a). Direct power control of dfig wind turbine systems based on an intelligent proportional-integral sliding mode control. *ISA transactions*, 64 :431–439. [31](#), [32](#), [33](#)
- Li, Y., Kang, Y., Yang, B., Peeta, S., Zhang, L., Zheng, T., and Li, Y. (2016b). A sliding mode controller for vehicular traffic flow. *Physica A : Statistical Mechanics and its Applications*, 462 :38–47. [27](#)
- Loi Mi Lung-Somarriba, B. (2003). *Etude des mécanismes mis en jeu dans la cristallisation de la glycine : contrôle de la distribution granulométrique et mise à l'échelle*. PhD thesis, Paris 6. [46](#)
- Luenberger, D. (1966). Observers for multivariable systems. *IEEE Transactions on Automatic Control*, 11(2) :190–197. [2](#), [4](#), [12](#)
- Luenberger, D. (1971). An introduction to observers. *IEEE Transactions on automatic control*, 16(6) :596–602. [2](#), [12](#)
- Lunt, J. (1998). Large-scale production, properties and commercial applications of polylactic acid polymers. *Polymer degradation and stability*, 59(1-3) :145–152. [103](#), [104](#)
- Lunt, J. and Shafer, A. L. (2000). Polylactic acid polymers from com. applications in the textiles industry. *Journal of Industrial textiles*, 29(3) :191–205. [103](#)
- Ma, L., Wang, C., Ding, S., and Dong, L. (2016). Integral sliding mode control for stochastic markovian jump system with time-varying delay. *Neurocomputing*, 179 :118–125. [27](#)
- Mahmoudi, M., Madani, N., Benkhoris, M., and Boudjema, F. (1999). Cascade sliding mode control of a field oriented induction machine drive. *The European Physical Journal-Applied Physics*, 7(3) :217–225. [28](#)
- Mahoney, A. W., Doyle, F. J., and Ramkrishna, D. (2002). Inverse problems in population balances : Growth and nucleation from dynamic data. *AIChE journal*, 48(5) :981–990. [56](#)

- Marchisio, D. L., Pikturna, J. T., Fox, R. O., Vigil, R. D., and Barresi, A. A. (2003). Quadrature method of moments for population-balance equations. *AIChE Journal*, 49(5) :1266–1276. 56
- Masuda, H., Higashitani, K., and Yoshida, H. (2006). *Powder technology handbook*. CRC press. 46
- Maudoux, N. (2014). *Catalyseurs phénolates et alcoolates de métaux trivalents pour la polymérisation stéréosélective du lactide*. PhD thesis, Université Rennes 1. xiv, 106
- Mazzarotta, B. (1992). Abrasion and breakage phenomena in agitated crystal suspensions. *Chemical Engineering Science*, 47(12) :3105–3111. xi, 45
- Menhour, L., D’Andréa-Novel, B., Fliess, M., Gruyer, D., and Mounier, H. (2015). A new model-free design for vehicle control and its validation through an advanced simulation platform, 14th europ control conf. 22
- Mesbah, A., Huesman, A. E., Kramer, H. J., Nagy, Z. K., and Van den Hof, P. M. (2011a). Real-time control of a semi-industrial fed-batch evaporative crystallizer using different direct optimization strategies. *AIChE journal*, 57(6) :1557–1569. 66
- Mesbah, A., Huesman, A. E., Kramer, H. J., and Van den Hof, P. M. (2011b). A comparison of nonlinear observers for output feedback model-based control of seeded batch crystallization processes. *Journal of Process Control*, 21(4) :652–666. 66
- Mesbah, A., Kramer, H. J., Huesman, A. E., and Van den Hof, P. M. (2009). A control oriented study on the numerical solution of the population balance equation for crystallization processes. *Chemical Engineering Science*, 64(20) :4262–4277. 56
- Metzler, M., Tavernini, D., Sorniotti, A., and Gruber, P. (2018). An explicit nonlinear mpc approach to vehicle stability control. In *Proceedings of The 14th International Symposium on Advanced Vehicle Control*. Tsinghua University. 38
- Metzler, M., Tavernini, D., Sorniotti, A., and Gruber, P. (2019). Explicit non-linear model predictive control for vehicle stability control. In *9th International Munich Chassis Symposium 2018*, pages 733–752. Springer. 36
- Michel, L., Join, C., Fliess, M., Sicard, P., and Chériti, A. (2010). Model-free control of dc/dc converters. In *2010 IEEE 12th workshop on control and modeling for power electronics (COMPEL)*, pages 1–8. IEEE. 22, 24, 67

- Miller, S. M. and Rawlings, J. B. (1994). Model identification and control strategies for batch cooling crystallizers. *AIChE Journal*, 40(8) :1312–1327. [65](#)
- Motz, S., Mannal, S., and Gilles, E. (2008). State estimation in batch crystallization using reduced population models. *Journal of Process Control*, 18(3-4) :361–374. [66](#)
- Mullin, J. and Nývlt, J. (1971). Programmed cooling of batch crystallizers. *Chemical Engineering Science*, 26(3) :369–377. [xvi](#), [65](#), [70](#), [71](#)
- Muske, K. R., Badlani, M., Dell’Orco, P. C., and Brum, J. (2004). Open-loop optimization for batch reaction systems : a case study. *Chemical engineering science*, 59(6) :1167–1180. [117](#)
- Myasnikov, S., Chipryakova, A., and Kulov, N. (2013). Kinetics, energy characteristics, and intensification of crystallization processes in chemical precipitation of hardness ions. *Theoretical Foundations of Chemical Engineering*, 47(5) :505–523. [41](#)
- Nagy, Z. K. and Braatz, R. D. (2004). Open-loop and closed-loop robust optimal control of batch processes using distributional and worst-case analysis. *Journal of process control*, 14(4) :411–422. [117](#)
- Nagy, Z. K., Chew, J. W., Fujiwara, M., and Braatz, R. D. (2008). Comparative performance of concentration and temperature controlled batch crystallizations. *Journal of Process Control*, 18(3-4) :399–407. [22](#), [67](#)
- Nampoothiri, K. M., Nair, N. R., and John, R. P. (2010). An overview of the recent developments in polylactide (pla) research. *Bioresource technology*, 101(22) :8493–8501. [104](#), [105](#)
- Narayanan, N., Roychoudhury, P. K., and Srivastava, A. (2004). L (+) lactic acid fermentation and its product polymerization. *Electronic journal of Biotechnology*, 7(2) :167–178. [104](#)
- Noda, M. and Okuyama, H. (1999). Thermal catalytic depolymerization of poly (l-lactic acid) oligomer into ll-lactide : effects of al, ti, zn and zr compounds as catalysts. *Chemical and pharmaceutical bulletin*, 47(4) :467–471. [106](#)
- Oravec, J., Bakošová, M., Trafczynski, M., Vasičkaninová, A., Mészáros, A., and Markowski, M. (2018). Robust model predictive control and pid control of shell-and-tube heat exchangers. *Energy*, 159 :1–10. [78](#)

- P Pawar, R., U Tekale, S., U Shisodia, S., T Totre, J., and J Domb, A. (2014). Biomedical applications of poly (lactic acid). *Recent patents on regenerative medicine*, 4(1) :40–51. 103
- Paengjuntuek, W., Kittisupakorn, P., and Arpornwichanop, A. (2008a). On-line dynamic optimization integrated with generic model control of a batch crystallizer. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 14(4) :442–448. 66
- Paengjuntuek, W., Kittisupakorn, P., and Arpornwichanop, A. (2008b). Optimization and nonlinear control of a batch crystallization process. *Journal of the Chinese Institute of Chemical Engineers*, 39(3) :249–256. 65
- Perruquetti, W. and Barbot, J.-P. (2002). *Sliding mode control in engineering*. CRC press. 26, 32
- Pin, M. (2014). Tecnica mppt per il controllo ottimizzato di una pompa solare : aspetti hardware= mppt control of an optimized solar pump electric drive : hardware features. 32
- Precup, t. (2014). Model-free tuning solution for sliding mode control of servo systems. In *2014 IEEE International Systems Conference Proceedings*, pages 30–35. IEEE. 23
- Precup, t. (2017). Model-free sliding mode control of nonlinear systems : Algorithms and experiments. *Information Sciences*, 381 :176–192. 22, 23, 26, 31, 101
- Pretula, J., Slomkowski, S., and Penczek, S. (2016). Polylactides—methods of synthesis and characterization. *Advanced drug delivery reviews*, 107 :3–16. 105
- Puel, F., Veessler, S., and Mangin, D. (2005). Cristallisation : aspects théoriques. 44, 46, 47
- Radhakrishnan, T., Shanmugam, K., et al. (2017). Modelling and control of crystallization process. *Resource-Efficient Technologies*, (1) :94–100. 36
- Rajaeipour, P., Banerjee, K., Zappe, H., and Ataman, Ç. (2019). Optimization-based real-time open-loop control of an optofluidic refractive phase modulator. *Applied optics*, 58(4) :1064–1072. 116
- Randolph, A. and Larson, M. (1962). Transient and steady state size distributions in continuous mixed suspension crystallizers. *AIChE Journal*, 8(5) :639–645. 48
- Richalet, J., Rault, A., Testud, J., and Papon, J. (1978). Model predictive heuristic control. *Automatica (Journal of IFAC)*, 14(5) :413–428. 36

- Ridha, T. M. and Moog, C. H. (2015). Model free control for type-1 diabetes : A fasting-phase study. *IFAC-PapersOnLine*, 48(20) :76–81. [22](#)
- Roman, R.-C., Radac, M.-B., Precup, R.-E., and Petriu, E. M. (2016). Data-driven model-free adaptive control tuned by virtual reference feedback tuning. *Acta Polytechnica Hungarica*, 13(1) :83–96. [22](#)
- Rotstein, G. and Lewin, D. (1992). Control of an unstable batch chemical reactor. *Computers & chemical engineering*, 16(1) :27–49. [67](#)
- Sabatini, A. M. (2006). Quaternion-based extended kalman filter for determining orientation by inertial and magnetic sensing. *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, 53(7) :1346–1356. [2](#)
- Saengchan, A., Kittisupakorn, P., Paengjuntuek, W., and Arpornwichanop, A. (2011). Improvement of batch crystallization control under uncertain kinetic parameters by model predictive control. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 17(3) :430–438. [3](#), [66](#), [67](#)
- Samir, Z. (2015). *Commande par mode glissant d'un appareil à vol et atterrissage vertical*. PhD thesis, UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF – M'SILA. [xi](#), [30](#), [31](#)
- Sanglard, P., Adamo, V., Bourgeois, J., Chappuis, T., Vanoli, E., et al. (2012). Poly (lactic acid) synthesis and characterization. *Chimia International Journal for Chemistry*, 66(12) :951–954. [105](#)
- Sangwal, K. (2001). Dima kashchiev : Nucleation : Basic theory with applications. *CRYSTAL RESEARCH AND TECHNOLOGY*, 36(2) :235–235. [41](#), [44](#), [45](#)
- Schragl, P., Del Re, L., and Giarré, L. (2019). Online k-step model identification with directional forgetting. In *2019 18th European Control Conference (ECC)*, pages 1330–1335. IEEE. [36](#)
- Schwach, G., Coudane, J., Engel, R., and Vert, M. (1997). More about the polymerization of lactides in the presence of stannous octoate. *Journal of Polymer Science Part A : Polymer Chemistry*, 35(16) :3431–3440. [106](#)
- Shah, A. A., Hasan, F., Hameed, A., and Ahmed, S. (2008). Biological degradation of plastics : a comprehensive review. *Biotechnology advances*, 26(3) :246–265. [103](#)

- Shekunov, B. Y. and York, P. (2000). Crystallization processes in pharmaceutical technology and drug delivery design. *Journal of crystal growth*, 211(1-4) :122–136. [64](#)
- Shi, D., Mhaskar, P., El-Farra, N. H., and Christofides, P. D. (2005). Predictive control of crystal size distribution in protein crystallization. *Nanotechnology*, 16(7) :S562. [64](#)
- Sibony, M. (1988). Analyse numérique. vol. 2, approximations et équations différentielles. [59](#)
- Slotine, J.-J. and Sastry, S. S. (1983). Tracking control of non-linear systems using sliding surfaces, with application to robot manipulators. *International journal of control*, 38(2) :465–492. [31](#)
- Slotine, J.-J. E. (1984). Sliding controller design for non-linear systems. *International Journal of control*, 40(2) :421–434. [28](#)
- Slotine, J.-J. E., Li, W., et al. (1991). *Applied nonlinear control*, volume 199. Prentice hall Englewood Cliffs, NJ. [27](#), [28](#), [29](#)
- Suykens, J. A. and Vandewalle, J. P. (2012). *Nonlinear Modeling : advanced black-box techniques*. Springer Science & Business Media. [22](#)
- Terwiesch, P. and Agarwal, M. (1994). Online correction of pre-optimized input profiles for batch reactors. *Computers & chemical engineering*, 18 :S433–S437. [117](#)
- Uccheddu, B. (2011). *Observateurs pour un procédé de cristallisation en batch*. PhD thesis, Université Claude Bernard-Lyon I. [5](#), [6](#), [41](#), [42](#), [44](#), [47](#), [56](#), [66](#)
- Uccheddu, B., Zhang, K., Hammouri, H., and Févotte, G. (2011). Design of a csd observer during batch cooling crystallization dealing with uncertain nucleation parameters. *IFAC Proceedings Volumes*, 44(1) :10460–10465. [66](#)
- Utkin, V. (1977). Variable structure systems with sliding modes. *IEEE Transactions on Automatic control*, 22(2) :212–222. [26](#), [29](#)
- Utkin, V. and Shi, J. (1996). Integral sliding mode in systems operating under uncertainty conditions. In *Proceedings of 35th IEEE conference on decision and control*, volume 4, pages 4591–4596. IEEE. [27](#), [28](#)
- Utkin, V. I. (1978). Sliding modes and their applications in variable structure systems. *Mir, Moscow*. [26](#)

- Utkin, V. I. (2013). *Sliding modes in control and optimization*. Springer Science & Business Media. 29, 30
- Veesler, S., Puel, F., and Fevotte, G. (2005). Polymorphisme dans les procédés de cristallisation en solution. *STP. Pharma. Pratiques*, 15 :53–84. 43
- Vink, E. T., Rabago, K. R., Glassner, D. A., and Gruber, P. R. (2003). Applications of life cycle assessment to natureworks™ polylactide (pla) production. *Polymer Degradation and stability*, 80(3) :403–419. 105
- Visioli, A. (2006). *Practical PID control*. Springer Science & Business Media. 78
- Vroman, I. and Tighzert, L. (2009). Biodegradable polymers. *Materials*, 2(2) :307–344. 103
- Vu, D. T., Kolah, A. K., Asthana, N. S., Peereboom, L., Lira, C. T., and Miller, D. J. (2005). Oligomer distribution in concentrated lactic acid solutions. *Fluid phase equilibria*, 236(1-2) :125–135. xiv, 105
- Vu, T., Durham, R. J., Hourigan, J., and Sleigh, R. W. (2006). Dynamic modelling optimisation and control of lactose crystallisations : comparison of process alternatives. *Separation and purification technology*, 48(2) :159–166. 64
- Wang, H., Song, G., and Tang, G. (2015). Enhanced surface properties of austenitic stainless steel by electropulsing-assisted ultrasonic surface rolling process. *Surface and Coatings Technology*, 282 :149–154. 23
- Wang, H., Tian, Y., Han, S., and Wang, X. (2017). Zmp theory-based gait planning and model-free trajectory tracking control of lower limb carrying exoskeleton system. *Studies in Informatics and Control*, 26(2) :161–170. 32
- Wang, J., Geamanu, M.-S., Cela, A., Mounier, H., and Niculescu, S.-I. (2013). Event driven model free control of quadrotor. In *2013 IEEE International Conference on Control Applications (CCA)*, pages 722–727. IEEE. 22
- Wang, X., Li, X., Wang, J., Fang, X., and Zhu, X. (2016). Data-driven model-free adaptive sliding mode control for the multi degree-of-freedom robotic exoskeleton. *Information Sciences*, 327 :246–257. 27

- Willmott, C. J. and Matsuura, K. (2005). Advantages of the mean absolute error (mae) over the root mean square error (rmse) in assessing average model performance. *Climate research*, 30(1) :79–82. [95](#)
- Xavier, A. M. M. et al. (2010). Study of lactic acid polycondensation and lactide production. [105](#)
- Xie, W., Rohani, S., and PHOENIX, A. (2001). Dynamic modeling and operation of a seeded batch cooling crystallizer. *Chemical Engineering Communications*, 187(1) :229–249. [65](#)
- Ymene, K. (2013). *Commande en Mode Glissant avec Observateur Robuste Associée à un Estimateur pour le Diagnostic du Moteur Asynchrone*. PhD thesis, UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE D'ORAN MOHAMED BOUDIAF. [30](#)
- Yu, H. and Ozguner, U. (2006). Adaptive seeking sliding mode control. In *2006 American Control Conference*, pages 6–pp. IEEE. [27](#)
- Yu, Y., Storti, G., and Morbidelli, M. (2009). Ring-opening polymerization of l, l-lactide : kinetic and modeling study. *Macromolecules*, 42(21) :8187–8197. [103](#), [106](#), [107](#)
- Yu, Y., Storti, G., and Morbidelli, M. (2011). Kinetics of ring-opening polymerization of l, l-lactide. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 50(13) :7927–7940. [103](#), [106](#)
- Zaragoza, C. A., Othman, S., and Hammouri, H. (2000). Moving horizon control of a denitrification reactor. In *WSES/International Conferences AMTA*, pages 931–936. [36](#), [37](#), [38](#)
- Zhang, D., Wang, J., Qian, L., and Yi, J. (2019). Stepper motor open-loop control system modeling and control strategy optimization. *Archives of Electrical Engineering*, 68(1). [116](#)
- Zhang, G. and Rohani, S. (2003). On-line optimal control of a seeded batch cooling crystallizer. *Chemical Engineering Science*, 58(9) :1887–1896. [3](#), [65](#), [66](#)
- Zhang, G. and Rohani, S. (2004). Dynamic optimal control of batch crystallization processes. *Chemical Engineering Communications*, 191(3) :356–372. [65](#)
- Zhang, K. (2011). *Contrôle de l'évolution d'un procédé de cristallisation en batch gouverné par des équations aux dérivées partielles*. PhD thesis, Université Claude Bernard-Lyon I. [xi](#), [41](#), [42](#), [44](#), [52](#), [55](#), [57](#), [62](#)

Bibliographie

Zhu, Y. (2004). Etude expérimentale de la cristallisation du bicarbonate de sodium. [46](#)