



**HAL**  
open science

# Encrassement en micro-irrigation étude des mécanismes et développement de méthodes de caractérisation

Julien Petit

► **To cite this version:**

Julien Petit. Encrassement en micro-irrigation étude des mécanismes et développement de méthodes de caractérisation. Génie mécanique [physics.class-ph]. Montpellier SupAgro, 2022. Français. NNT : 2022NSAM0029 . tel-04420241

**HAL Id: tel-04420241**

**<https://theses.hal.science/tel-04420241>**

Submitted on 26 Jan 2024

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# THÈSE POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR DE L'INSTITUT AGRO MONTPELLIER ET DE L'UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER

En Génie des Procédés

École doctorale GAIA – Biodiversité, Agriculture, Alimentation, Environnement, Terre, Eau  
Unités de recherche : UMR Gestion de l'Eau, Acteurs, Usages (INRAE-UMR G-EAU) & UMR Technologies et  
Méthodes pour les Agricultures de demain (INRAE/Institut Agro-UMR ITAP)

## Encrassement en micro-irrigation : étude des mécanismes et développement de méthodes de caractérisation

Présentée par Julien PETIT  
Le 24 Novembre 2022

Sous la direction de Ryad BENDOULA et Nassim AIT-MOUHEB

Devant le jury composé de

Jérôme LABILLE, Directeur de Recherche, CNRS CEREGE – Aix-en-Provence

Jean-Philippe STEYER, Directeur de Recherche, INRAE LBE - Narbonne

Agnès MONTILLET, Professeure, CNRS GEPEA – Saint-Nazaire

Étienne PAUL, Professeur, TBI INSA - Toulouse

Alban SAURET, Associate Professor, University of California – Santa Barbara

Ryad BENDOULA, Directeur de Recherche, INRAE ITAP - Montpellier

Nassim AIT-MOUHEB, Chargé de Recherche, INRAE G-EAU - Montpellier

Sílvia MAS GARCÍA, Chargée de Recherche, INRAE ITAP - Montpellier

Julie MENDRET, Maître de Conférence, IEM – Montpellier

Bruno MOLLE, Ingénieur de recherche, INRAE G-EAU, Montpellier

Président

Examineur

Rapporteuse

Rapporteur

Examineur

Directeur de thèse

Directeur de thèse

Encadrante

Invitée

Invité



UNIVERSITÉ  
DE MONTPELLIER





# Résumé

La pression sur la ressource en eau à l'échelle globale est de plus en plus importante chaque année. L'irrigation au goutte-à-goutte est une méthode d'irrigation ayant une bonne efficacité d'irrigation. Mais cette technique d'irrigation présente un coût élevé, accentué par une maintenance difficile. En effet, les goutteurs permettant l'irrigation sont sensibles aux phénomènes de colmatage. Le colmatage en irrigation au goutte-à-goutte peut être de nature physique (particules solides), chimique (précipités) ou biologique (biofilm). L'objectif était donc d'apporter des éléments de compréhension des mécanismes de colmatage par le développement de méthodes de caractérisation. Pour cela, les trois types de colmatage ont été suivis en laboratoire dans une cellule microfluidique et caractérisés par l'utilisation de la tomographie en cohérence optique (OCT) et de la spectroscopie d'absorption.

Le suivi du colmatage au cours du temps par imagerie OCT permet de déterminer les mécanismes de formation. La localisation et l'évolution de la quantité de colmatage ont été déterminés. La comparaison du colmatage avec une modélisation de l'écoulement permet de déterminer les paramètres hydrodynamiques d'influence. La vitesse et la turbulence semblent être les paramètres régissant la localisation du colmatage. Plus la vitesse et la turbulence sont faibles dans une zone, plus elle est touchée par le colmatage.

L'utilisation de la spectroscopie d'absorption pour la détection, la qualification et la quantification a été testée et validée. Couplée à des méthodes de traitement des données multivariées, cette méthode permet de détecter la présence de colmatage in situ à partir d'une épaisseur de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$  pour le colmatage physique et chimique. Pour le colmatage biologique, de premiers résultats encourageants ont été obtenus. Les spectres obtenus permettent aussi de déterminer le type de colmatage en jeu avec une précision supérieure à 90%. L'utilisation de la spectroscopie d'absorption pour la caractérisation du colmatage en irrigation au goutte-à-goutte est donc pertinente et pourrait faire l'objet d'études en plein champ.

**Mots-clés :** Irrigation au goutte-à-goutte, colmatage, tomographie en cohérence optique, spectroscopie d'absorption, analyse multivariée, écoulement turbulent

# Abstract

The pressure on water resources on a global scale is increasing every year. Drip irrigation is an irrigation method with good irrigation efficiency. However, this irrigation technique has a high cost, which is accentuated by difficult maintenance. Indeed, the drippers used for irrigation are sensitive to clogging. Clogging in drip irrigation can be physical (solid particles), chemical (precipitates) or biological (biofilm). The objective was therefore to provide elements for understanding clogging mechanisms by developing characterisation methods. To this end, the three types of clogging were monitored in the laboratory in a millifluidic cell and characterised using optical coherence tomography (OCT) and absorption spectroscopy.

Monitoring of the clogging over time by OCT imaging allows the determination of the formation mechanisms. The location and evolution of the amount of clogging were determined. Comparison of the clogging with a flow model allows us to determine the influencing hydrodynamic parameters. Velocity and turbulence appear to be the parameters governing the location of clogging. The lower the velocity and turbulence in an area, the more it is affected by clogging.

The use of absorption spectroscopy for detection, qualification and quantification has been tested and validated. Coupled with multivariate data processing methods, this method makes it possible to detect the presence of clogging in situ from a thickness of around 100  $\mu\text{m}$  for physical and chemical clogging. For biological clogging, initial encouraging results have been obtained. The spectra obtained also make it possible to determine the type of clogging involved with an accuracy of over 90%. The use of absorption spectroscopy for the characterisation of clogging in drip irrigation is therefore relevant and could be the subject of field studies.

**Keywords :** Drip irrigation, clogging, optical coherence tomography, absorption spectroscopy, multivariate analysis, turbulent flow

# Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>7</b>
<b>Publications et communications</b>	<b>8</b>
<b>Table des figures</b>	<b>11</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>12</b>
<b>Liste des abréviations</b>	<b>13</b>
<b>I Introduction générale - Contexte, état de l'art et objectifs</b>	<b>15</b>
I.1 Eau et agriculture . . . . .	16
I.1.1 L'état de la ressource en eau . . . . .	16
I.1.2 L'eau pour l'agriculture . . . . .	17
I.1.3 La réutilisation des eaux usées traitées . . . . .	17
I.2 Méthodes d'irrigation . . . . .	18
I.2.1 Notion d'efficacité de l'irrigation . . . . .	18
I.2.2 L'irrigation gravitaire . . . . .	19
I.2.3 L'irrigation par aspersion . . . . .	20
I.2.4 L'irrigation au goutte-à-goutte . . . . .	21
I.3 Fonctionnement de l'irrigation au goutte-à-goutte . . . . .	22
I.4 Le colmatage en irrigation au goutte-à-goutte . . . . .	26
I.4.1 Colmatage physique . . . . .	26
I.4.2 Colmatage chimique . . . . .	30

I.4.3	Colmatage biologique . . . . .	32
I.4.4	Couplages de types de colmatage . . . . .	34
I.4.5	Bilan de connaissance sur le colmatage en irrigation au goutte-à-goutte . . . . .	35
I.5	Méthodes d'analyse et d'étude du colmatage en irrigation au goutte-à-goutte . . . . .	36
I.5.1	Modélisation de l'hydrodynamique des goutteurs . . . . .	37
I.5.2	Détection et analyse du colmatage . . . . .	38
I.6	Problématique et objectifs de la thèse . . . . .	52
 <b>II Étude de l'influence de l'hydrodynamique d'un milli-canal labyrinthique sur la formation de colmatage</b>		<b>54</b>
II.1	Introduction . . . . .	55
II.2	Matériel et méthodes . . . . .	55
II.2.1	Matériaux colmatants et solution d'alimentation . . . . .	55
II.2.2	Cellule millifluidique . . . . .	57
II.2.3	Protocole expérimental . . . . .	59
II.2.4	Tomographie en cohérence optique (OCT) . . . . .	60
II.2.5	Modélisation numérique de l'écoulement . . . . .	61
II.3	Modélisation de l'écoulement le long de milli-canaux . . . . .	64
II.3.1	Indépendance de maillage . . . . .	64
II.3.2	Description de l'écoulement . . . . .	66
II.3.3	Discussion . . . . .	72
II.4	Observation du colmatage par imagerie OCT . . . . .	73
II.4.1	Colmatage par kaolinite . . . . .	74
II.4.2	Colmatage par carbonate de calcium . . . . .	77
II.4.3	Colmatage par biofilm . . . . .	80
II.4.4	Comparaison des types de colmatage . . . . .	83
II.5	Corrélation entre hydrodynamique et colmatage . . . . .	87
II.6	Conclusions et perspectives . . . . .	91
 <b>III Évaluation du potentiel de la spectroscopie d'absorption pour la qualification et la quantification du colmatage</b>		<b>93</b>

**IV Suivi du colmatage par mesure spectrale couplée à des méthodes de chimiométrie. 110**

**Partie 1 : Drip irrigation clogging detection, monitoring and discrimination using absorbance spectroscopy coupled with multivariate analysis. 112**

IV.1 Introduction . . . . . 114

IV.2 Material and methods . . . . . 116

    IV.2.1 Millifluidic cell flow . . . . . 116

    IV.2.2 Clogging solutions . . . . . 117

    IV.2.3 Optical Coherence Tomography (OCT) measurement . . . . . 118

    IV.2.4 Absorbance spectroscopy . . . . . 119

    IV.2.5 Data analysis . . . . . 121

IV.3 Results and discussion . . . . . 123

    IV.3.1 Clogging thickness evolution . . . . . 123

    IV.3.2 Exploration of raw spectra data . . . . . 127

    IV.3.3 MCR-ALS results . . . . . 129

    IV.3.4 Discrimination of clogging material using PLS-DA . . . . . 135

IV.4 Conclusion . . . . . 136

IV.5 Limites et perspectives . . . . . 137

**Partie 2 : Suivi du colmatage par biofilm par spectroscopie d'absorption. 140**

IV.6 Spectres d'absorption . . . . . 141

IV.7 Résultats obtenus par MCR-ALS . . . . . 142

IV.8 Discrimination du type de colmatage . . . . . 147

IV.9 Conclusions . . . . . 148

**V Discussion générale et conclusion 150**

V.1 Rappel des objectifs de la thèse . . . . . 151

V.2 Mécanismes de colmatage . . . . . 151

V.3 Modélisation numérique de l'écoulement . . . . . 153

V.4 La spectroscopie d'absorption pour l'étude du colmatage . . . . . 154

    V.4.1 Validation à l'échelle du laboratoire . . . . . 154

V.4.2	Vers une application en plein champ . . . . .	157
V.5	Conclusions . . . . .	159
<b>Bibliographie</b>		<b>160</b>
<b>A</b>	<b>Annexe : Indépendance de maillage</b>	<b>172</b>
<b>B</b>	<b>Annexe : Images OCT brutes</b>	<b>174</b>
<b>C</b>	<b>Annexe : Observation des rainures</b>	<b>183</b>
<b>D</b>	<b>Annexe : Comparaison entre modélisation CFD et mesures de colmatage par OCT</b>	<b>184</b>

# Remerciements

La thèse est un travail de longue haleine que je n'aurai pas pu mener à bien sans l'aide et le soutien de nombreuses personnes. C'est à ces personnes que sont dédiés ces remerciements.

Tout d'abord je souhaite remercier mes deux directeurs de thèse Messieurs Ryad Bendoula et Nassim Ait-Mouheb. Vous avez été d'une disponibilité sans faille et rien que pour cela, je vous remercie grandement. Ryad, tu as toujours été là pour m'encourager et me soutenir, même quand j'avais la tête dure. Sans tes précieux conseils et ta bonne humeur permanente, cette thèse n'aurait pas été la même. Nassim, merci pour ton investissement dans cette thèse. Tu as toujours écouté mes idées et mes questions et été là pour réfléchir avec moi. Je retiens aussi tes retours souvent sévères mais juste qui m'ont poussé à faire mieux. Je tiens aussi à vous remercier tous les deux pour m'avoir fait confiance pour conduire cette thèse que vous aviez extrêmement bien pensée en amont pour que tout se déroule au mieux.

Ensuite, je souhaite remercier mes encadrants de thèse. Merci Silvia d'avoir toujours pris le temps de m'accompagner dans les arcanes de la chimiométrie. Grâce à toi, j'ai pu m'approprier dans une certaine mesure ce domaine que je ne connaissais pas. Merci Bruno, pour ta sagesse et ton recul, propre aux « anciens ». Je souhaite aussi remercier les personnes qui m'ont accompagné dans la mise place technique de cette thèse. Merci à Daphné et Léa pour ce banc d'optique au poil. Merci Jean-François, David, Geoffrey et François pour m'avoir aidé à résoudre ces problèmes divers et variés propres à la mécanique et à l'hydraulique.

Durant cette thèse, j'ai aussi pu compter sur le soutien, les conseils et l'amabilité de nombreuses personnes. Merci à Claire et Alix, mes collègues de bureau pour tous ces moments du quotidien. Je fais aussi une mention pour Mathias, Claire R., Martin, Martin (l'autre), Victor, Mehrnaz, Juan, Antoine, Marie, Derrick, Yasmine, Vincent, Jérôme, Maxime et bien d'autres. Merci également à tous les personnels d'INRAE et des UMR GEAU et ITAP pour leur aide et leur disponibilité durant ces trois années.

Merci en particulier à ma famille et surtout à ma femme Kim qui a été d'un soutien et d'une aide formidable et encore plus dans les moments difficiles. Merci enfin à mes deux petits monstres Juno et Ian, qui à l'heure où j'écris ces lignes ne savent pas à quel point je leur dois tout.

# Publications et communications

## Articles scientifiques publiés

Petit, J., Ait-Mouheb, N., Mas García, S., Metz, M., Molle, B., and Bendoula, R. (2021). Potential of visible/near infrared spectroscopy coupled with chemometric methods for discriminating and estimating the thickness of clogging in drip-irrigation. *Biosystems Engineering*, 209 :246–255.

Petit, J., Mas García, S. M., Molle, B., Bendoula, R., and Ait-Mouheb, N. (2022). Methods for drip irrigation clogging detection, analysis and understanding : State of the art and perspectives. *Agricultural Water Management*, 272 :107873.

## Communications orales et affichées

Petit J., Ait-Mouheb N., Mas Garcia S., Metz M., Molle B., Bendoula R. (2021). VIS-NIR spectroscopy for drip irrigation clogging discrimination and quantification : a new methodology. EFITA 2021 , Thessalonique - Grèce, <https://www.youtube.com/watch?v=e51XueuQ7DI> (présentation orale).



# Table des figures

I.1	Niveau d'indicateurs de base annuel du stress hydrique . . . . .	16
I.2	Irrigation gravitaire . . . . .	19
I.3	Irrigation par aspersion . . . . .	20
I.4	Irrigation au goutte-à-goutte . . . . .	21
I.5	Goutteurs intégrés, hors de la conduite . . . . .	23
I.6	Paramètres géométriques d'un goutteur . . . . .	23
I.7	Paramètres géométriques d'un goutteur . . . . .	24
I.8	Goutteur en ligne et goutteur intégré . . . . .	24
I.9	Goutteur auto-régulant (PC) avec une membrane en silicone . . . . .	25
I.10	Loi débit-pression sous différents régimes d'écoulement . . . . .	25
I.11	Colmatage physique par argiles . . . . .	27
I.12	Représentation des couches de cations adsorbés sur une particule . . . . .	29
I.13	Cas de colmatage chimique par carbonate de calcium et carbonate de magnésium . . . . .	31
I.14	Cas de colmatage biologique . . . . .	32
I.15	Étapes de développement d'un biofilm . . . . .	33
II.1	Cellule millifluidique . . . . .	58
II.2	Identification des chicanes suivies sur les deux canaux étudiés. . . . .	59
II.3	Profils de vitesse pour la recherche du maillage optimal . . . . .	65
II.4	Vitesse modélisée . . . . .	66
II.5	Placement des profils d'études des paramètres hydrodynamiques . . . . .	67
II.6	Profils de vitesse normée . . . . .	67
II.7	Tracé des lignes de courant . . . . .	69

II.8	Énergie cinétique de turbulence ( $k$ ) modélisée . . . . .	70
II.9	Profils d'énergie cinétique de turbulence normée . . . . .	71
II.10	Dissipation turbulente ( $\epsilon$ ) modélisée . . . . .	72
II.11	Profils de dissipation turbulente normée . . . . .	72
II.12	Images OCT de colmatage par kaolinite . . . . .	75
II.13	Images OCT de colmatage par carbonate de calcium . . . . .	78
II.14	Images OCT de colmatage par biofilm en épaisseur cumulée . . . . .	81
II.15	Images OCT de colmatage par biofilm en épaisseur maximale . . . . .	82
II.16	Évolution de l'épaisseur moyenne des trois matériaux colmatants sur un point de mesure . . . . .	84
II.17	Comparaison du colmatage sur les profils 1.1 et 1.4 avec $u$ et $k$ normé. . . . .	88
II.18	Comparaison du colmatage sur les profils 2.1 et 2.4 avec $u$ et $k$ normé. . . . .	89
IV.1	Millifluidic cell . . . . .	117
IV.2	Spectroscopy setup . . . . .	120
IV.3	OCT images from kaolin and calcium carbonate clogging experiment . . . . .	124
IV.4	Raw absorbance spectra from kaolin and calcium carbonate clogging experiment .	128
IV.5	MCR-ALS results on kaolin clogging . . . . .	130
IV.6	Comparison between OCT reference thickness and MCR-ALS concentration pro- files for kaolin clogging . . . . .	132
IV.7	MCR-ALS results on calcium carbonate clogging . . . . .	133
IV.8	Comparison between OCT reference thickness and MCR-ALS concentration pro- files for calcium carbonate clogging . . . . .	134
IV.9	Cas d'un point de mesure sans colmatage . . . . .	138
IV.10	Spectres d'absorption associés à la campagne de colmatage par biofilm . . . . .	141
IV.11	Spectres purs et profils de concentration obtenus par MCR-ALS sur le colmatage par biofilm . . . . .	143
IV.12	Comparaison entre épaisseur cumulée de référence et profils de concentration MCR- ALS sur le colmatage par biofilm . . . . .	145

IV.13 Comparaison entre épaisseur maximale de référence et profils de concentration	
MCR-ALS sur le colmatage par biofilm . . . . .	146
A.1 Profils de vitesse pour la recherche du maillage optimal . . . . .	173
A.2 Profils de vitesse pour la recherche du maillage optimal . . . . .	173
B.1 Images OCT brutes sur le colmatage par kaolinite dans le canal 1 . . . . .	175
B.2 Images OCT brutes sur le colmatage par kaolinite dans le canal 2 . . . . .	176
B.3 Images OCT brutes sur le colmatage par carbonate de calcium dans le canal 1 . . .	177
B.4 Images OCT brutes sur le colmatage par carbonate de calcium dans le canal 2 . . .	178
B.5 Images OCT brutes sur le colmatage par biofilm (épaisseur maximale) dans le canal 1	179
B.6 Images OCT brutes sur le colmatage par biofilm (épaisseur maximale) dans le canal 2	180
B.7 Images OCT brutes sur le colmatage par biofilm (épaisseur cumulée) dans le canal 1	181
B.8 Images OCT brutes sur le colmatage par biofilm (épaisseur cumulée) dans le canal 2	182
C.1 Observation des rainures . . . . .	183
D.1 Comparaison du colmatage sur le profil 1.2 avec u et k normé. . . . .	185
D.2 Comparaison du colmatage sur le profil 2.2 avec u et k normé. . . . .	185
D.3 Comparaison du colmatage sur le profil 1.3 avec u et k normé. . . . .	186
D.4 Comparaison du colmatage sur le profil 2.3 avec u et k normé. . . . .	186
D.5 Comparaison du colmatage sur le profil 1.5 avec u et k normé. . . . .	187
D.6 Comparaison du colmatage sur le profil 2.5 avec u et k normé. . . . .	187

# Liste des tableaux

- II.1 Composition de la solution d'alimentation pour le développement de biofilm. . . . . 57
- II.2 Dimensions du canal de la cellule millifluidique. . . . . 57
- II.3 Caractéristiques des maillages testés pour le modèles k- $\epsilon$  . . . . . 65
  
- IV.1 Confusion matrix of clogging material classes . . . . . 136
- IV.2 Matrice de confusion de la discrimination entre kaolinite, carbonate de calcium et  
biofilm . . . . . 148

# Liste des abréviations

## Abréviations

- CFD** Mécanique des fluides numérique  
**DEM** Méthode des éléments discrets  
**EPS** Exopolysaccharides  
**LES** Modèle Large Eddy Simulation  
**LVs** Variables latentes  
**MCR-ALS** Multivariate Curve Resolution - Alternating Least Squares  
**NPC** Non auto-régulant (goutteur)  
**OCT** Tomographie en cohérence optique  
**PC** Auto-régulant (goutteur)  
**PIV** Particle Image Velocimetry  
**PLS-DA** Partial Least Squares Regression with Discriminant Analysis  
**PLSR** Partial Least Squares Regression  
**PTV** Particle Tracjing Velocimetry  
**RANS** Équations Reynolds Averaged Navier-Stokes  
**Re** Nombre de Reynolds  
**REUT** Réutilisation des Eaux Usées Traitées  
**RSM** Modèle Reynolds-Stress

## Alphabet latin

- C** Matrice des profils concentrations résolus par MCR-ALS  
 $C_{\epsilon 1}$  Constante du modèle k- $\epsilon$   
 $C_{\epsilon 2}$  Constante du modèle k- $\epsilon$   
 $C_{\mu}$  Constante du modèle k- $\epsilon$   
**D** Matrice des spectres acquis au cours du temps  
**D\*** Matrice des spectres au cours du temps calculée d'après les résultats de MCR-ALS  
 $D_h$  Diamètre hydraulique  
**E** Matrice des résidus résolus par MCR-ALS

$I_T$	Intensité de turbulence
$k$	Énergie cinétique de turbulence
$k_0$	Énergie cinétique de turbulence en entrée
$L_T$	Échelle de longueur de la turbulence
$P_k$	Terme de production dans les équations de transport
$\mathbf{S}^T$	Matrice des spectres résolus par MCR-ALS
$u_0$	Vitesse en entrée d'un canal
$\mathbf{W}$	Largeur du canal de goutteur
$\% \mathbf{r}^2$	Variance expliquée

### Alphabet grec

$\epsilon$	Dissipation turbulente
$\epsilon_0$	Dissipation turbulente en entrée
$\zeta$	Potentiel zéta
$\theta$	Angle d'un sommet d'un élément du maillage
$\theta_e$	Angle d'un sommet d'un élément idéal du maillage
$\mu$	Viscosité dynamique de l'eau
$\mu_T$	Viscosité turbulente
$\rho$	Masse volumique de l'eau
$\sigma_k$	Constante du modèle k- $\epsilon$
$\sigma_\epsilon$	Constante du modèle k- $\epsilon$

# **Chapitre I**

## **Introduction générale - Contexte, état de l'art et objectifs**

## I.1 Eau et agriculture

### I.1.1 L'état de la ressource en eau

L'eau devient une ressource de plus en plus précieuse chaque année. Sur les 100 dernières années, la consommation à l'échelle globale a été multipliée par 6 et continue de s'accroître (UNESCO, 2020). Depuis plusieurs années maintenant, nous sommes conscients de l'évolution du climat suite à l'activité humaine. Ce changement se traduit par l'apparition plus fréquente d'évènements climatiques extrêmes : vagues de chaleur, épisodes de pluie, tempêtes... L'utilisation de la ressource en permanente augmentation et le changement du climat menacent d'ores et déjà la capacité à s'alimenter de la population mondiale.

Le manque d'eau touche une population grandissante chaque année (Figure I.1). En 2016 déjà, deux tiers de la population, à savoir 4 milliard de personnes, connaissent des conditions de pénurie d'eau au moins un mois dans l'année (Mekonnen and Hoekstra, 2016). Plus inquiétant encore, la moitié de la population du globe souffre de pénuries d'eau tout au long de l'année. Les zones géographiques les plus touchées sont le nord de l'Afrique, la Chine et l'Inde mais la pression sur la ressource en eau est telle que d'autres régions seront bientôt touchées.

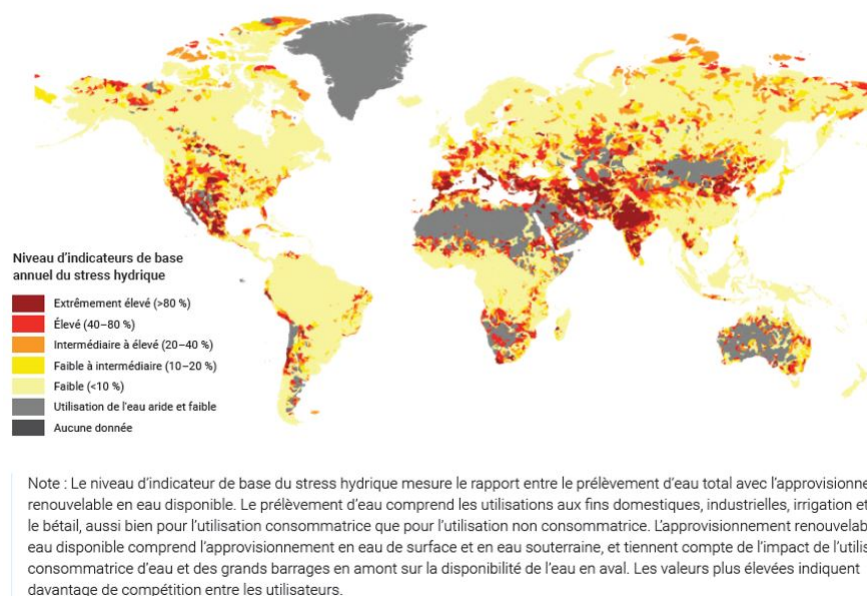


FIGURE I.1 – Niveau d'indicateurs de base annuel du stress hydrique (World Resources Institute, 2020)



Il est donc primordial de faire évoluer les pratiques et les gouvernances de l'utilisation de l'eau afin d'assurer au mieux la sécurité alimentaire, sanitaire et écologique de la population terrestre (Greve et al., 2018).

### **I.1.2 L'eau pour l'agriculture**

Parmi les postes d'utilisation de l'eau, l'agriculture occupe une place prépondérante. En effet, l'agriculture représente 70% de l'eau prélevée à l'échelle mondiale (UNESCO, 2020; Ungureanu et al., 2020). Ce besoin croît avec la population et les limites de la ressource poussent notamment à revoir et améliorer les pratiques d'irrigation afin de limiter les pertes en eau et d'optimiser les productions agricoles.

En France notamment, la plus grande consommation d'eau nette (sans rejet dans le milieu naturel) est l'agriculture qui représente plus de 30% de la consommation (Boutin et al., 2009), proportion qui peut monter à plus de 80% pendant des périodes restreintes au cours de l'année. Cela conduit à privilégier des pratiques et des méthodes d'irrigation permettant d'économiser au mieux la ressource. Deux approches sont possibles : l'irrigation via une ressource en eau non conventionnelle comme les eaux usées traitées et l'utilisation de méthodes d'irrigation économes en eau.

### **I.1.3 La réutilisation des eaux usées traitées**

Face au besoin croissant en eau et à la tension sur la ressource, le recours à des eaux dites non conventionnelles devient une question d'actualité (Ofori et al., 2021; Ungureanu et al., 2020). Notamment, la réutilisation des eaux usées traitées (REUT) s'est développée avec pour objectif principal la diminution de la pression sur les eaux de nappe ou de surface. Historiquement, le traitement des eaux usées visait à éliminer principalement le carbone, l'azote et le phosphore pour un rejet dans le milieu naturel. Dans un contexte de REUT, le traitement des eaux peut être différent des traitements « classiques ».

L'utilisation d'eaux usées permet de diminuer la pression sur la ressource en eau de bonne qualité et d'améliorer la qualité du sol irrigué, notamment par apport de matière organique (Jiménez-Cisneros, 1996). La REUT peut aussi permettre d'apporter directement des nutriments aux plantes

comme l'azote, le phosphore et potentiellement d'autres éléments intéressants d'un point de vue agronomique (Ofori et al., 2021). Mais pour cela, le traitement de l'eau doit être adapté en fonction car initialement l'azote et le phosphore font partie des éléments traités en station de traitement des eaux usées (Ait-Mouheb et al., 2018). La REUT peut donc constituer une alternative intéressante à la fois aux eaux de surface ou de nappes utilisées pour l'irrigation et aux apports de nutriments par des engrais chimiques.

Mais elle présente aussi certaines contraintes qu'il est important de souligner (Ofori et al., 2021; Ungureanu et al., 2020). Des problèmes d'acceptabilité d'une part et des problèmes sanitaires et techniques liés à la qualité d'eau d'autre part (Becerra-Castro et al., 2015). Les eaux usées traitées peuvent être chargées en sels (Levy et al., 2011), en bactéries (Lequette et al., 2019) et en matières organiques (Peterson and Summers, 2021) et donc entraîner une usure rapide des installations liée à des phénomènes d'encrassement.

## I.2 Méthodes d'irrigation

Pour faire des économies d'eau, l'utilisation d'eaux usées traitées est une possibilité. Mais le choix de la méthode d'irrigation reste un élément crucial. Une méthode d'irrigation performante peut permettre de réaliser des économies en eau d'irrigation tout en offrant un bon rendement agricole.

### I.2.1 Notion d'efficacité de l'irrigation

L'irrigation permet d'apporter de l'eau à une culture mais la capacité de chaque technique d'irrigation à répondre à ce besoin est différente. Le choix d'un type d'irrigation peut être conditionné par le type de culture, les contraintes climatiques ou le coût de son installation. Indépendamment de ces contraintes, l'efficacité d'un système d'irrigation peut être évaluée de différentes manières (Sinclair et al., 1984; Velasco-Muñoz et al., 2018). Dans le cadre de l'évaluation de la performance d'un système d'irrigation, l'efficacité va être évaluée à la fois par sa capacité à fournir l'eau nécessaire à la culture mais aussi par la quantité de pertes en eau qu'il peut induire (Van der Kooij et al., 2013). L'efficacité de l'irrigation peut être définie de différentes manières incluant différents

paramètres liés au climat, au sol et au système d'irrigation (Kambou et al., 2014), dans le cas de l'évaluation de la performance d'une technique d'irrigation elle est souvent définie comme le ratio entre l'eau totale appliquée et l'eau réellement utilisée par la plante (Kambou et al., 2014; Van der Kooij et al., 2013).

$$EI = 100 \times \frac{EU}{ET} \quad (I.1)$$

Avec :

- *EI* : efficacité de l'irrigation (en %)
- *EU* : eau utilisée par la culture (en m<sup>3</sup>)
- *ET* : eau totale apportée (en m<sup>3</sup>)

L'efficacité ainsi définie renseigne sur la capacité d'une technique d'irrigation à éviter les pertes en eau pour l'agriculteur et peut servir d'argument de choix entre les différents types d'installations.

## I.2.2 L'irrigation gravitaire

L'irrigation de surface ou irrigation gravitaire est la technique la plus ancienne et la plus répandue dans le monde (Kambou et al., 2014) et représente 86% des installations d'irrigation (FAO, 2014). Cette technique consiste à laisser l'eau s'écouler sur la parcelle agricole par gravité. Selon les cas, l'eau peut recouvrir toute la parcelle (irrigation par ruissellement, irrigation par planches) ou être envoyée dans des zones spécifiques (irrigation à la raie, irrigation par bassins) (Figure I.2).



**FIGURE I.2** – Irrigation par ruissellement (à gauche, source : canaux-etterritoires.info) et irrigation à la raie (à droite, source : tpe-agriculture-francemali.e-monsite.com)

Cette méthode présente l'avantage d'être peu coûteuse dans la mesure où elle nécessite peu d'énergie. En revanche, les pertes en eau potentiellement engendrées avec ce type d'irrigation sont élevées à cause des phénomènes d'infiltration et d'évaporation (Albaji et al., 2015). De plus, le contrôle des quantités d'eau appliquées est difficile. Ces aspects rendent cette méthode globalement peu efficace et de moins en moins pertinente dans le contexte climatique actuel.

### I.2.3 L'irrigation par aspersion

L'irrigation par aspersion est installée sur 11% des surfaces agricoles dans le monde (FAO, 2014). Le principe de cette méthode est de projeter l'eau en l'air pour qu'elle retombe sous forme de gouttelettes (Figure I.3). C'est une technique qui a un coût d'installation relativement élevé mais qui va nécessiter peu de main d'œuvre.



**FIGURE I.3** – Irrigation par aspersion (à gauche, source : senagriculture.com) et par micro-aspersion (à droite, source : soverdi.fr)

L'efficacité de l'irrigation par aspersion est en général supérieure à 90%, ce qui est supérieur à l'efficacité de l'irrigation gravitaire. Les inconvénients majeurs de cette méthode sont son coût, qui est bien plus élevé que celui de l'irrigation gravitaire mais aussi la dérive de l'eau et de ses composés dans l'air causée par le vent qui peut entraîner une perte d'uniformité ou causer des problèmes de contamination dans certains cas (Kambou et al., 2014; Molle et al., 2016; Yazar, 1984).

## I.2.4 L'irrigation au goutte-à-goutte

L'irrigation au goutte-à-goutte est une technique d'irrigation consistant à emmener l'eau directement à la plante avec un débit relativement faible, compris usuellement entre 0,5 et 8 L/h (Adin and Sacks, 1991; Al-Muhammad, 2016). Contrairement aux techniques d'irrigation présentées précédemment, l'irrigation au goutte-à-goutte vise à optimiser l'utilisation de l'eau en localisant la zone d'irrigation. Ainsi, les gouttes permettant l'irrigation vont être envoyées directement au pied de la plante (Figure I.4), ce qui permet de minimiser les pertes d'eau par évaporation car elle minimise la surface humide du sol (Jurayev et al., 2021; Lamm et al., 2006; Saxena, 2021). Cela permet notamment d'ajuster l'irrigation de manière à effectuer des apports plus fréquents et moins conséquents et donc de limiter la pousse de mauvaises herbes ou les percolations profondes (Jurayev et al., 2021; Saxena, 2021).



FIGURE I.4 – Irrigation au goutte-à-goutte hors sol (source : viticulturevignoble.fr)

De plus, l'apport de l'eau directement au pied de la plante permet de limiter les contacts entre l'eau et la plante d'une part et l'eau et l'agriculteur d'autre part. Cet aspect en particulier fait de l'irrigation au goutte-à-goutte une technique intéressante pour l'utilisation d'eaux non conventionnelles comme la REUT mais aussi pour la ferti-irrigation (Saxena, 2021). Au-delà de ces aspects, l'irrigation au goutte-à-goutte présente une bonne efficacité, généralement supérieure à 90% (Camp et al., 2000) et une bonne uniformité d'irrigation si elle est bien entretenue (Lamm et al., 2006; Wang et al., 2019; Wu and Gitling, 1983).

Malgré ces avantages, l'irrigation au goutte-à-goutte possède deux limites majeures : son coût et son entretien (Lamm et al., 2006). Pour le coût, l'irrigation au goutte-à-goutte nécessite une

installation d'eau sous pression et une grande quantité de conduites équipées de goutteurs, il est donc nécessaire d'avoir à la fois des équipements permettant d'acheminer l'eau et de la mettre sous pression (conduites, pompes...) et des gaines équipées de goutteurs. Pour l'entretien, les systèmes d'irrigation au goutte-à-goutte sont très sensibles aux phénomènes de colmatage (Adin and Sacks, 1991; Nakayama and Bucks, 1981; Pitts et al., 2003) qui vont nécessiter une maintenance adaptée. Un colmatage par particules va généralement nécessiter une chasse hydraulique (Puig-Bargués et al., 2005) tandis qu'un colmatage de nature biologique peut nécessiter une étape de chloration (Lequette et al., 2021). Si la maintenance n'est pas bien gérée, la longévité des équipements va fortement diminuer et engendrer des coûts supplémentaires pour leur remplacement.

En raison de son coût d'installation élevé et des difficultés d'entretien qu'elle peut représenter, l'irrigation au goutte-à-goutte n'est pas aussi répandue que l'irrigation gravitaire ou l'irrigation par aspersion (3% de la surface irriguée mondiale, FAO 2014). Elle est néanmoins en voie de développement à l'échelle mondiale, encouragée par des politiques de subvention de nombreux états qui permettent notamment d'atténuer le coût de l'installation. Avec le contexte climatique actuel et la démocratisation de la REUT, le développement de l'irrigation au goutte-à-goutte pourrait prendre encore plus d'ampleur. Mais pour cela, il est nécessaire de faire évoluer les méthodes de suivi et d'entretien des équipements afin de lever ce verrou à l'utilisation de cette méthode d'irrigation économe en eau et adaptée à la réutilisation d'eaux usées traitées.

### **I.3 Fonctionnement de l'irrigation au goutte-à-goutte**

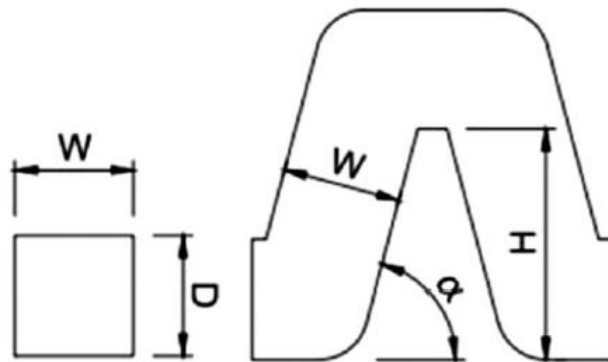
Afin de permettre l'irrigation sous formes de gouttes, les éléments les plus importants du système d'irrigation au goutte-à-goutte sont les goutteurs (Figure I.5). Les goutteurs permettent de créer une différence de pression afin de réduire la vitesse d'écoulement de l'eau et donc le débit d'irrigation. Au sein du goutteur, l'eau traverse un canal dit millifluidique, dont la section est en général de l'ordre du  $\text{mm}^2$  (Figure I.6) (Lequette et al., 2020; Yang et al., 2020). Dans le cas des goutteurs turbulents, ce canal est labyrinthique : il multiplie les chicanes pour créer une diminution de pression graduelle et ainsi réduire la vitesse de l'eau pour fournir un débit faible créant une irrigation au goutte-à-goutte.





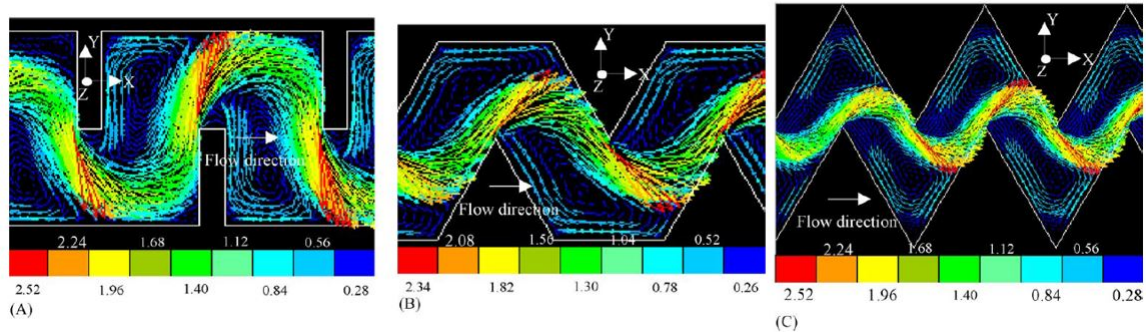
**FIGURE I.5** – Goutteurs intégrés hors de la conduite (source : indiaMart.com)

La géométrie du canal millifluidique au sein du goutteur est un élément extrêmement important. En fonction du type de géométrie, les pertes de charges générées seront différentes et l'hydrodynamique du goutteur en sera impactée (Feng et al., 2018; Lavanholi et al., 2020).



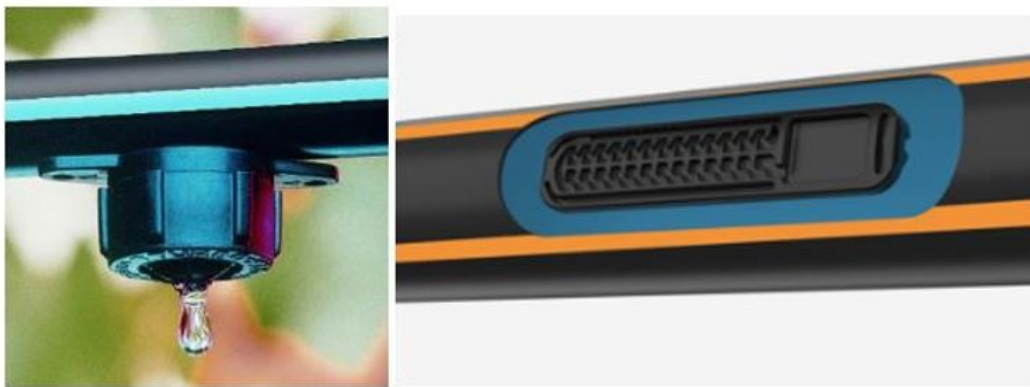
**FIGURE I.6** – Paramètres géométriques d'un goutteur : largeur de canal ( $W$ ), profondeur de canal ( $D$ ), hauteur de dentition ( $H$ ) et angle de dentition ( $\alpha$ ) (Lavanholi et al., 2020).

En fonction des paramètres présentés sur la Figure I.6, de nombreuses géométries de goutteur différentes existent. Les plus courantes sont les géométries rectangulaires, triangulaires et trapézoïdales qui doivent leur nom à la forme de leurs chicanes (Figure I.7) (Al-Muhammad, 2016; Wei et al., 2006).



**FIGURE I.7** – Distribution des vitesses dans différentes géométries de goutteurs : rectangulaire (A), trapézoïdal (B), triangulaire (C) pour un débit de 3 L/h (Wei et al., 2006).

Les goutteurs peuvent être montés de différentes façons sur la conduite. On distingue les goutteurs en ligne et les goutteurs intégrés (Figure I.8). Les goutteurs en ligne sont accessibles à l'extérieur de la conduite. Les goutteurs intégrés sont présents à l'intérieur de la conduite, l'eau rentre dans le goutteur depuis l'intérieur de la conduite, traverse le goutteur et sort par un orifice dédié présent sur la conduite (Al-Muhammad, 2016).

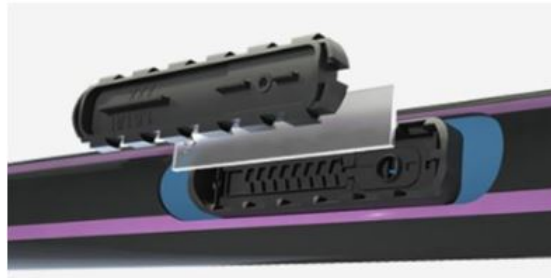


**FIGURE I.8** – Goutteur en ligne (à gauche, source : totallandscapecare.com) et goutteur intégré (à droite, source : netafim.com).

Il existe aussi deux types principaux de goutteurs : les goutteurs auto-régulants ("pressure compensating" abrégé en "PC" en anglais) et non auto-régulants (NPC). Les goutteurs auto-régulants sont équipés d'une membrane en silicone flexible qui va permettre d'assurer un débit de fonctionnement constant, quelle que soit la pression en entrée du goutteur (Figure 9). Ce type de goutteur permet d'avoir une irrigation constante et moins sensible à la pente du terrain (El Bouhali et al.,



2020). Les goutteurs NPC sont quant à eux assujettis à la pression dans le système d'irrigation.



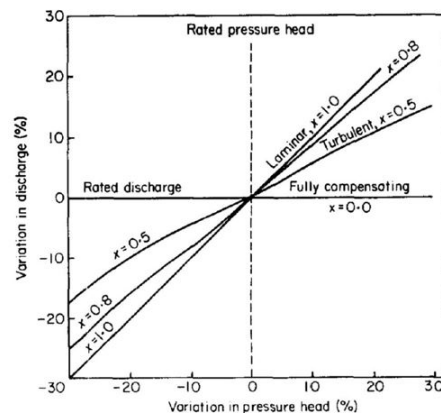
**FIGURE I.9** – Goutteur auto-régulant (PC) avec une membrane en silicone (source : netafim.com).

Les goutteurs fonctionnent à une pression généralement comprise entre 0.5 et 4 bars (Al-Muhammad, 2016). Usuellement, leur gamme de fonctionnement est définie par une loi débit-pression (Figure I.10), exprimée comme suit :

$$Q = k \times P^x \quad (I.2)$$

Avec :

- $Q$  : Le débit fourni par le goutteur.
- $k$  : une constante de proportionnalité qui caractérise le goutteur.
- $P$  : la pression en amont du goutteur, imposée par le système d'irrigation.
- $x$  : coefficient de Karmeli (Karmeli, 1977), un exposant dépendant du régime d'écoulement au sein du goutteur.



**FIGURE I.10** – Loi débit-pression sous différents régimes d'écoulement (Karmeli, 1977).

La valeur de l'exposant  $x$  va caractériser le régime d'écoulement. Lorsque  $x = 1$ , le débit suit linéairement l'évolution de la pression, ce qui caractérise un régime d'écoulement laminaire. Si  $x = 0,5$  l'écoulement est considéré comme parfaitement turbulent. Pour des goutteurs standards,  $x$  est compris entre 0,5 et 1. Si  $x = 0$ , le débit ne varie pas en fonction de la pression, il s'agit du cas des goutteurs auto-régulants (PC) qui assurent un débit unique et constant. Dans la réalité, les goutteurs PC présentent des valeurs de  $x$  comprises entre 0 et 0,5 traduisant le fait que l'indépendance du débit vis-à-vis de la pression n'est pas parfaite (Karmeli, 1977).

Il existe donc un grand nombre de goutteurs pouvant différer selon leur montage, leur type ou leur géométrie. Mais dans la majorité des cas, les goutteurs sont sensibles au colmatage, qui peut impacter leur fonctionnement ainsi que l'efficacité globale de l'irrigation.

## I.4 Le colmatage en irrigation au goutte-à-goutte

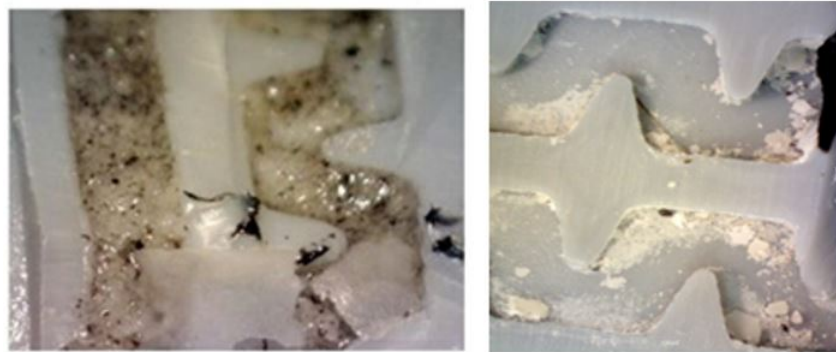
L'entretien des équipements d'irrigation au goutte-à-goutte peut s'avérer complexe, notamment à cause de la présence de colmatage au sein des goutteurs (Adin and Sacks, 1991). Ce colmatage peut entraîner une variation du débit d'irrigation et devenir problématique pour l'agriculteur (Adin and Sacks, 1991; Nakayama and Bucks, 1981; Pitts et al., 2003).

L'effet du colmatage va se traduire en pratique par la diminution du débit des goutteurs colmatés, entraînant une perte en uniformité de l'irrigation pouvant aller jusqu'à 100% dans des cas extrêmes (Puig-Bargués et al., 2005). On considère en pratique les goutteurs comme colmatés lorsque le débit est inférieur à 25% du débit nominal (Niu et al., 2013). Dans ce cas, l'efficacité de l'installation peut drastiquement diminuer et rendre la technique moins intéressante. Le colmatage peut être causé par différents éléments, on distingue donc usuellement trois catégories de colmatage : le colmatage physique, le colmatage chimique et le colmatage biologique (Adin and Sacks, 1991).

### I.4.1 Colmatage physique

Le colmatage physique dans les goutteurs est dû à la présence de matières solides en suspension dans les eaux d'irrigation (Figure I.11) (Adin and Sacks, 1991). Selon Gilbert et al. (1981) et Adin (1986), la présence de composés solides est la source de colmatage la plus importante. La préven-

tion de ce type de colmatage se fait essentiellement par filtration en amont du système d'irrigation. Cependant, les composés de taille inférieure à 80  $\mu\text{m}$  peuvent se retrouver dans le système d'irrigation et contribuer au colmatage (Bounoua, 2010). D'autre part, les phénomènes d'agrégation mis en jeu en aval de la filtration peuvent causer la présence de particules solides d'un diamètre plus élevé que le seuil de filtration (Bounoua, 2010; Oliveira et al., 2017).



**FIGURE I.11** – Deux exemples de colmatage physique causés par la présence d'argiles (Bounoua, 2010).

- Types et tailles de particules

Deux phénomènes peuvent causer des phénomènes de colmatage physique (Bounoua, 2010)

- L'obstruction : lorsque la taille des particules approche ou dépasse la section de passage de l'eau dans le canal du goutteur.
- Le dépôt : en présence de fines particules, un dépôt peut se former dans les zones où la vitesse d'écoulement est plus faible.

En pratique, les opérations de filtration permettent d'éviter les phénomènes d'obstruction mais les phénomènes de dépôt peuvent toujours être présents. Les phénomènes de dépôt sont liés à des interactions entre la paroi des goutteurs et les particules (Alince and van de Ven, 1993; Henry et al., 2012). Les dépôts peuvent être constitués d'un ou de plusieurs types de particules que l'on distingue usuellement par leur taille (Bounoua, 2010; Oliveira et al., 2020) :

- Les sables, de diamètre compris entre 200  $\mu\text{m}$  et 50  $\mu\text{m}$ .
- Les limons, de diamètre compris entre 50  $\mu\text{m}$  et 2  $\mu\text{m}$ .
- Les argiles, de diamètre inférieur à 2  $\mu\text{m}$ .

Après filtration (entre 80 et 130  $\mu\text{m}$  en général) la plupart des sables seront éliminés mais les sables les plus fins, les limons et les argiles viendront contribuer au colmatage physique (Niu et al., 2013).

D'après les travaux de Niu et al. (2013), une certaine gamme de diamètres de particules semble plus colmatante que les autres. Cette gamme de diamètre est attribuée aux limons grossiers ayant un diamètre compris entre 31 et 38  $\mu\text{m}$ . Les particules ayant un diamètre plus petit -notamment les argiles- semblent aussi former un dépôt au sein des goutteurs qui n'entraîne pas ou peu de changement de débit (Niu et al., 2013; Oliveira et al., 2017).

- Quantité de particules

La taille des particules en suspension n'est pas le seul facteur de colmatage : la concentration des particules doit aussi être prise en compte (Niu et al., 2013; Oliveira et al., 2020; Pinto et al., 2017). Le risque de colmatage est considéré comme élevé lorsque la concentration en particules dépasse 100 mg/L (Nakayama and Bucks, 1981). Mais cette recommandation ne prend pas en compte le type de particule en jeu. Dans le cas de l'argile, des concentrations supérieures à 1 g/L ont causé un dépôt mais n'ont pas affecté le débit (Niu et al., 2013; Oliveira et al., 2017). Mais le risque de colmatage reste corrélé à la quantité de particules dans l'eau : plus il y a de particules, plus le potentiel de colmatage est élevé (Nakayama and Bucks, 1981; Niu et al., 2013).

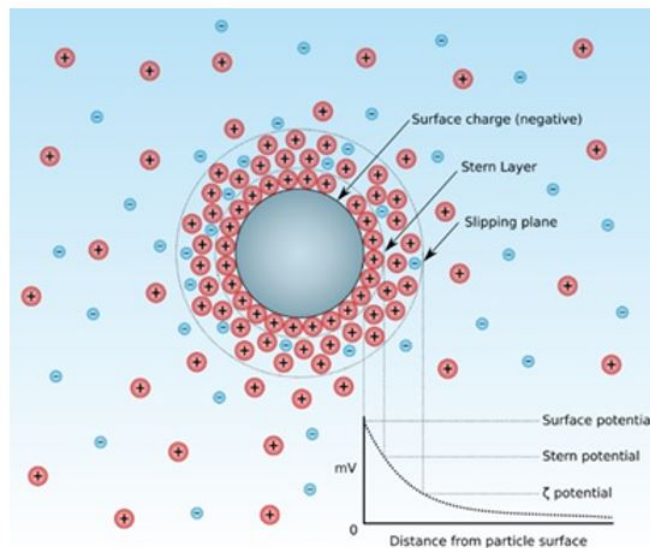
- Phénomènes d'agrégation

En fonction des types de particules, de leur taille et des conditions hydrodynamiques au sein du goutteur, plusieurs phénomènes peuvent se produire. Parmi eux, l'agrégation des particules peut constituer un problème important car il peut engendrer la présence de particules de taille supérieure au seuil de filtration au sein du goutteur (Bounoua, 2010; Bounoua et al., 2016; Niu et al., 2013). Les phénomènes d'agrégation sont conditionnés par des mécanismes d'interaction entre les particules (Gudipaty et al., 2011; Henry et al., 2012). Les particules les plus sensibles à ce type de mécanismes semblent être les argiles (Luckham and Rossi, 1999). Ces phénomènes sont régis par la présence de deux types de forces :

- Les force d'attraction de Van der Waals.
- Les forces de répulsion des doubles-couches électriques.

Les forces de Van der Waals sont conditionnées par la polarité et les dimensions des particules (Hamaker, 1937). Le fonctionnement des forces de répulsion est plus complexe : dans le cas des argiles, la surface des particules est souvent chargée négativement, des cations vont alors s'adsorber sur les particules afin de créer un équilibre électrique.

La première couche de cations adsorbés est appelée la couche de Stern et a une épaisseur d'environ 1 nm (Luckham and Rossi, 1999). Les autres cations vont constituer une couche diffuse autour des particules. Le potentiel à la limite de la couche diffuse est le potentiel zêta ( $\zeta$ ) (Figure I.12) et peut être mesuré pour évaluer le potentiel d'agrégation (Delgado et al., 2007). C'est la similarité des charges entre les couches diffuses des différentes particules qui va causer les phénomènes de répulsion électrique.



**FIGURE I.12** – Représentation des couches de cations adsorbés sur une particule (Lyklema, 2005).

Le conflit entre les forces d'attraction et de répulsion va conditionner l'agrégation des particules. Plus la couche diffuse est épaisse, plus les forces de répulsion vont être élevées et donc les phénomènes d'agrégation seront défavorisés. En pratique, l'épaisseur de la couche diffuse est corrélée à la force ionique du solvant : un solvant ayant une faible concentration en sels, donc une force ionique faible, va favoriser l'épaisseur de la couche diffuse et donc limiter l'agrégation. À l'inverse, un solvant ayant une forte concentration en sels (force ionique forte) va densifier les couches diffuses et générer des phénomènes d'agrégation (Bounoua et al., 2016; Henry et al., 2012; Luckham and Rossi, 1999).

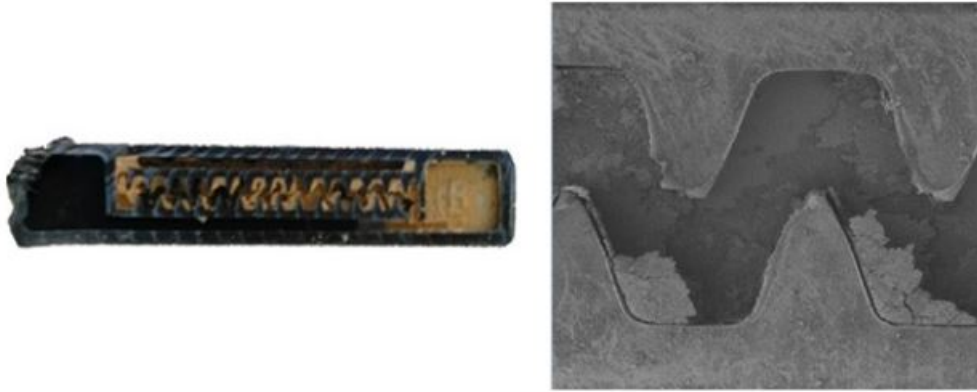
La kaolinite semble être l'argile la plus propice à former des agrégats en présence de sel dans l'eau (Oliveira et al., 2020). La présence de ce type d'argile dans des eaux ayant une conductivité élevée (comme par exemple des eaux usées traitées), pourrait engendrer des phénomènes de colmatage physique. Les travaux de Ait-Mouheb et al. (2019) et Oliveira et al. (2020) montrent notamment des observations in situ de colmatage par particules d'argiles en présence de sel. Ces dépôts se font principalement dans les coins des chicanes, là où la vitesse d'écoulement est la plus faible.

Le colmatage physique va donc être conditionné par trois paramètres : la taille, la concentration et la nature des particules présentes dans l'eau. En fonction de ces paramètres, le colmatage des goutteurs pourra se faire plus ou moins aisément.

## I.4.2 Colmatage chimique

Le colmatage chimique est causé par l'apparition d'éléments insolubles issus de la précipitation d'ions en solution (Rizk, 2017; Zhangzhong et al., 2016). Il est globalement le type de colmatage le moins étudié car il est en proportion moins fréquent que le colmatage physique ou le colmatage biologique (Adin and Sacks, 1991; Rizk, 2017). Les ions les plus fréquemment observés dans le colmatage chimique sont le calcium ( $\text{Ca}^{2+}$ ), le magnésium ( $\text{Mg}^{2+}$ ), les carbonates ( $\text{CO}_3^{2-}$ ), les phosphates ( $\text{PO}_4^{3-}$ ), les sulfates ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) et les ions fer(III) ( $\text{Fe}^{3+}$ ) (Rizk, 2017). Parmi ces éléments, le précipité carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) est celui qui est le plus couramment étudié car les eaux d'irrigation contiennent souvent du calcium et des carbonates pouvant former ces précipités (Hills et al., 1989; Rizk, 2017).

L'apparition de ces précipités est conditionnée par différents facteurs : pH, pression partielle en  $\text{CO}_2$  et température principalement (Hills et al., 1989; Lamm et al., 2006; Rizk et al., 2017; Tarchitzky et al., 2013; Zhangzhong et al., 2019). En particulier, l'apparition de carbonates de calcium (Figure I.13), issus de la précipitation des ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{CO}_3^{2-}$ , est favorisée par une température élevée ( $55^\circ\text{C}$ ), un pH supérieur à 8 et un apport constant en  $\text{CO}_2$  (Rizk et al., 2017; Zhangzhong et al., 2019). Ces conditions de fonctionnement sont donc à éviter afin de limiter le colmatage chimique.



**FIGURE I.13** – Cas de colmatage chimique par carbonate de calcium et carbonate de magnésium (Zhangzhong et al., 2019).

Afin de lutter contre le colmatage chimique, la méthode la plus courante est justement le contrôle du pH, qui doit rester neutre ou acide, par injection d'acide dans le système d'irrigation (Hills et al., 1989).

- Influence de la concentration des ions

L'apparition du colmatage chimique va naturellement être conditionnée par la présence des ions formant des précipités inertes en solution. Plus la concentration de ces ions est élevée, plus ce type de colmatage semble être important et a un effet marqué sur le débit d'irrigation (Hills et al., 1989; Zhangzhong et al., 2016). En pratique, la concentration peut être évaluée par la conductivité électrique de l'eau. Donc, plus la conductivité électrique de l'eau est élevée, plus le risque de colmatage est élevé. Une conductivité supérieure à 3000  $\mu\text{S}/\text{cm}$  est associée à un risque élevé de colmatage (Nakayama and Bucks, 1981).

Le colmatage chimique est majoritairement influencé par des paramètres simples à suivre sur une eau d'irrigation : température, pH et concentration en ions/conductivité électrique. Dans le cadre de la REUT notamment, la salinité des eaux peut être plus élevée qu'avec certaines eaux de surface et peut donc avoir un potentiel de colmatage chimique plus élevé.

### I.4.3 Colmatage biologique

Le colmatage biologique (Figure I.14) est causé par un développement bactérien, qui prend la forme d'un biofilm. Un biofilm est une matrice de bactéries, adaptée à sa localisation et à son environnement pour être plus résistante. Le biofilm se développe en présence de bactéries dans l'eau et d'apports en matière organique permettant sa croissance. Il s'agit d'un problème particulièrement important lors de l'utilisation d'eaux usées traitées, qui ont une communauté bactérienne riche et des concentrations en matière organique plus élevées que les eaux de surface ou de nappe (Gamri, 2014; Rizk, 2017).

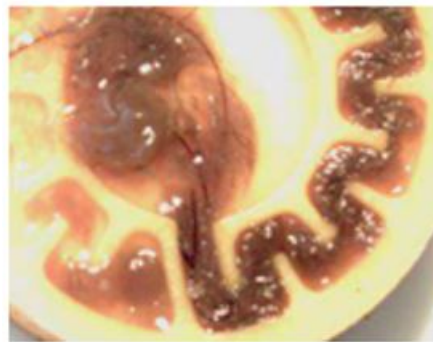
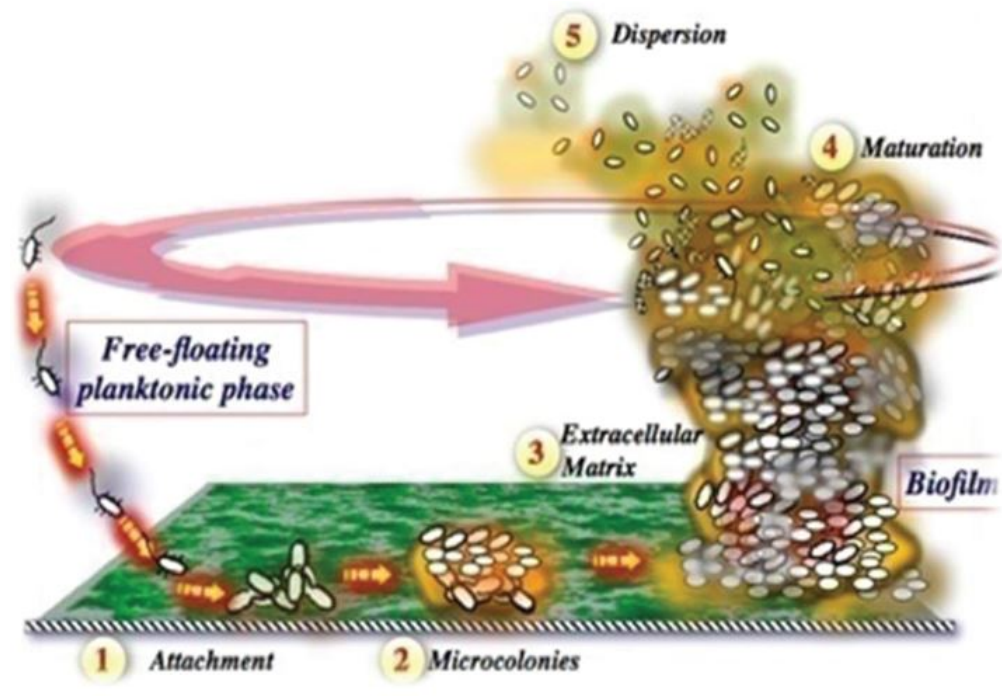


FIGURE I.14 – Cas de colmatage biologique (Gamri, 2014).

Le développement du biofilm suit plusieurs étapes distinctes (Figure I.15) :

- L'attachement : les bactéries en suspension dans l'eau vont se fixer. Cette fixation peut se faire sur les parois du goutteur ou sur des agrégats déjà présents (Katz et al., 2018). C'est la production d'exo-polysaccharides (EPS) qui permet la fixation des bactéries et la formation d'un biofilm.
- La maturation : les bactéries se multiplient et le biofilm gagne en volume (Li et al., 2017). C'est durant cette période que le biofilm va le plus s'adapter à son milieu, notamment par formation d'EPS (Oliver et al., 2014).
- Le détachement : le détachement du biofilm peut se faire sous différentes conditions. Plus l'étape de maturation est avancée, plus le détachement devient probable (Yao and Habimana, 2019). Ce détachement peut être partiel ou total et peut être engendré par des phénomènes d'abrasion, d'érosion ou de mue (par manque de nutriments ou d'oxygène).





**FIGURE I.15** – Étapes de développement d'un biofilm : attachement (1), micro-colonies (2), matrice extracellulaire (3), maturation (4) et détachement (5) (Sehar and Naz, 2017).

La formation de biofilms permet aux bactéries de mieux résister aux phénomènes de cisaillement et aux opérations de nettoyage (Katz et al., 2018).

- Paramètres d'influence

Plusieurs facteurs peuvent influencer la formation de biofilms. Dans le cadre de l'irrigation au goutte-à-goutte, la qualité d'eau et les conditions d'écoulement jouent un rôle prépondérant. Une température élevée semble favoriser le développement de biofilm. Mais les travaux de (Qian et al., 2017) ont montré qu'une température supérieure à 50 °C et des variations de température entre 20 et 50 °C avaient un effet néfaste sur la croissance du biofilm. Le pH de l'eau va avoir un effet sur l'épaisseur du biofilm formé : un pH faible va engendrer un biofilm de faible épaisseur tandis qu'un pH proche de 7 est propice à un biofilm plus épais (Stoodley et al., 1997).

La qualité de l'eau va aussi conditionner le développement de biofilm. Des eaux chargées en matières organiques ainsi qu'en nutriments (azote, phosphore) favoriseront la croissance bactérienne (Javier et al., 2020; Rizk et al., 2017; Tarchitzky et al., 2013). Enfin, l'hydrodynamique au sein du goutteur va influencer le développement de biofilm. La vitesse d'écoulement conditionne

l'apport en substrat au biofilm : plus cette vitesse est élevée, plus le biofilm disposera de substrat favorisant sa croissance (Gamri, 2014; Stoodley and Warwood, 2003). Mais avec une vitesse trop élevée, les phénomènes de détachement deviennent importants et limitent la quantité de biofilm (Horn et al., 2003; Stoodley and Warwood, 2003). De même, plus l'épaisseur de biofilm est élevée, plus le détachement est probable, limitant aussi la croissance du biofilm à un certain stade. Le biofilm va aussi être impacté par le taux de cisaillement de l'écoulement (Rizk, 2017). En présence d'un taux de cisaillement élevé, le biofilm va avoir tendance à se densifier pour mieux résister. Enfin, les travaux de Lequette et al. (2020) ont montré que le développement de biofilm dépendait du type de goutteur. Leurs résultats montrent que la couverture volumique du canal par le biofilm est plus importante lorsque les dimensions du goutteur sont plus petites. Ainsi les goutteurs fonctionnant à 1 L/h ont été les plus touchés dans leurs travaux. Leurs résultats ont aussi mis en évidence des cycles de formation et de détachement de biofilm dans tous les goutteurs étudiés.

Le colmatage biologique est plus complexe à aborder que les colmatages physique et chimique dans la mesure où il fait intervenir plus de paramètres d'influence. En effet, au-delà des paramètres physico-chimiques et de la qualité chimique de l'eau, la réaction des biofilms face aux conditions hydrodynamiques fait intervenir des notions d'élasticité et de résistance qui vont complexifier son étude et la compréhension de ses mécanismes.

#### **I.4.4 Couplages de types de colmatage**

Les types de colmatage sont usuellement catégorisés comme détaillé plus haut. De même, la plupart des études du colmatage en irrigation au goutte-à-goutte se focalisent soit sur l'influence du colmatage sous toutes ses formes (Adin and Sacks, 1991; Nakayama and Bucks, 1981) ou sur un type de colmatage en particulier (Hills et al., 1989; Oliveira et al., 2020; Qian et al., 2017).

Mais la présence de plusieurs types de colmatage est tout à fait possible et quelques travaux en ont fait leur objet d'étude. Les travaux de Tarchitzky et al. (2013) ont pu montrer, via l'utilisation de la microscopie électronique à balayage et de la spectroscopie d'absorption dans le moyen infrarouge, que des particules d'argile et des précipités à base de calcium étaient piégés dans du biofilm. Les travaux de Zhou et al. (2019) appuient ces résultats en précisant que la présence d'EPS, induite par la formation de biofilm, pouvait servir d'attache à des particules et favoriserait ainsi les

colmatages physiques et chimiques.

D'autre part, les travaux de Rizk (2017) ont montré deux effets de couplage : la présence de précipités de carbonate de calcium a limité la formation de biofilm, suggérant la présence de phénomènes d'abrasion. Mais dans ce même contexte, des précipités de carbonate de calcium ont été retrouvés au sein du biofilm à l'aide de la diffractométrie à rayons X, conformément aux travaux cités précédemment. Dans ce cas, il est difficile de dire si la présence conjointe de deux types de colmatage est favorable ou défavorable au fonctionnement du goutteur.

Enfin, Ramachandrupa and Kasa (2020) ont couplé la diffractométrie à rayons X, la microscopie électronique à balayage et la scanographie (CT-scan) pour étudier un colmatage par argiles et carbonates de calcium. Leurs résultats montrent que dans certains goutteurs, la présence de silice (et donc d'argiles) est majoritaire et celle de carbonate de calcium est minime tandis que dans d'autres goutteurs, le phénomène est inversé : peu d'argiles et beaucoup de carbonates de calcium. Ces résultats laissent à penser que les deux types de colmatage en jeu (physique et chimique) s'opposent mais il est difficile d'en déterminer les mécanismes exacts.

Certains emploient les termes de colmatage « complexe » ou de colmatage « composite » pour qualifier un colmatage faisant intervenir plusieurs natures de matériaux. Les travaux susmentionnés ont mis en évidence la présence d'interaction entre les matériaux colmatants mais il reste difficile d'en déterminer les mécanismes précis et donc la conséquence vis-à-vis du fonctionnement des goutteurs. L'utilisation et le développement de nouvelles méthodes permettant de différencier les matériaux colmatants et de les suivre en temps réel au sein des goutteurs pourraient permettre de clarifier certains aspects et d'améliorer la connaissance des mécanismes de colmatage en irrigation au goutte-à-goutte.

#### **I.4.5 Bilan de connaissance sur le colmatage en irrigation au goutte-à-goutte**

Les phénomènes de colmatage en irrigation au goutte-à-goutte peuvent être de nature physique, chimique ou biologique. Il est aussi possible que plusieurs types de colmatage interagissent pour donner lieu à des mécanismes plus complexes. De nombreux facteurs peuvent influencer la nature et la sévérité du colmatage. La qualité de l'eau va conditionner les types de colmatage en jeu. La proportion de particules solides, d'ions en solution, de bactéries et de matière organique conduira à

différents types de colmatage. Dans le cadre de l'utilisation d'eaux usées traitées, la problématique de la qualité de l'eau est d'autant plus importante. Ce type d'eaux contient en effet souvent plus de sels en solution, de nutriments, de matière organique et de bactéries que des eaux de surface. Le système d'irrigation va ensuite influencer principalement la localisation du colmatage mais aussi sa sévérité en fonction de la géométrie des goutteurs ou du débit nominal de fonctionnement. Les paramètres physico-chimiques tels que le pH et la température de l'eau vont aussi être influents. Lorsque le colmatage commence à se développer, son effet sur le débit d'irrigation n'est pas immédiat. Mais lorsqu'il devient trop sévère, des pertes de débit et d'uniformité peuvent être observées. Usuellement, les actions de nettoyage sont employées lorsque ces effets sont identifiés. Cependant, un colmatage sévère sera plus difficile à éliminer et parfois impossible à éliminer totalement. La compréhension actuelle des mécanismes de colmatage reste encore partielle et ne permet pas de piloter la maintenance des équipements d'irrigation au goutte-à-goutte finement. Afin d'approfondir la connaissance des mécanismes de colmatage, il est nécessaire d'utiliser des méthodes de mesure, notamment in situ, pour caractériser la formation du colmatage.

## **I.5 Méthodes d'analyse et d'étude du colmatage en irrigation au goutte-à-goutte**

L'étude du colmatage en irrigation au goutte-à-goutte est difficile : de multiples matériaux colmatants peuvent être présents et la taille des canaux des goutteurs est de l'ordre de 1 mm<sup>2</sup>. Plusieurs approches peuvent être possibles pour évaluer les mécanismes de colmatage. Une première approche peut être de modéliser l'écoulement au sein des goutteurs. Cela permet de mieux identifier les champs de vitesse et de cisaillement au sein du canal et mieux appréhender la présence et la localisation du colmatage. L'autre approche principale est d'utiliser des méthodes de caractérisation du colmatage en laboratoire ou en plein champ. Dans cette partie, ces deux approches sont présentées.

### I.5.1 Modélisation de l'hydrodynamique des goutteurs

Afin de modéliser l'écoulement au sein des goutteurs, des modèles de mécanique des fluides numérique (Computational Fluid Dynamics en anglais, abrégé en CFD) peuvent être utilisés. La modélisation CFD est une méthode d'analyse numérique permettant de résoudre les équations régissant le comportement d'un fluide (Norton and Sun, 2006). Dans le cadre de l'écoulement au sein d'un goutteur, l'équation à résoudre est l'équation de Navier-Stokes. De nombreux modèles ont été utilisés pour l'étude de l'écoulement au sein d'un goutteur. Le modèle  $k-\epsilon$  est le modèle le plus courant en ingénierie (Wei et al., 2006; Yang et al., 2020). Mais ce modèle a été initialement développé pour les écoulements totalement turbulents et peut ne pas être adapté dans ce contexte (Al-Muhammad, 2016), notamment par sa modélisation des effets tourbillonnaires (Van Maele et al., 2003). Ces modèles reposent aussi sur l'hypothèse d'isotropie de la turbulence, signifiant que la turbulence évolue de la même manière dans les trois directions de l'espace. Or, les travaux de Al-Muhammad (2016) ont montré expérimentalement que la turbulence au sein des canaux de goutteurs était anisotropique. L'utilisation de modèles Reynold-Stress (RSM), qui prennent en compte ce facteur, a donc présenté de meilleurs résultats dans les études l'ayant utilisé (Al-Muhammad et al., 2019; Demir et al., 2019). Le modèle Large Eddy Simulation (LES) a aussi présenté de meilleurs résultats que le modèle  $k-\epsilon$  (Wu et al., 2013). Le choix du modèle utilisé n'est donc pas évident et il est nécessaire de comparer les différents modèles sur les géométries utilisées pour déterminer le plus adapté. Afin d'évaluer les mécanismes de colmatage, il est possible de coupler ces modèles d'écoulement à des modèles de transport de particules. L'utilisation de la méthode des éléments discrets (Discrete Element Method, abrégé DEM en anglais) permet de modéliser le transport de particules (Trofa et al., 2019; Yu et al., 2018, 2019). Ces modèles permettent d'estimer les zones où les particules passent et d'ainsi évaluer les zones propices au colmatage.

L'utilisation de modèles CFD permet d'évaluer les paramètres hydrodynamiques au sein des goutteurs et d'évaluer le potentiel de colmatage. En couplant ces approches avec des méthodes DEM, il est aussi possible de tenir compte des paramètres tels que la taille des particules ou leur concentration. Ces méthodes sont notamment utilisées pour développer des géométries de goutteur plus résistantes au colmatage (Yang et al., 2020; Yu et al., 2019). Ces méthodes permettent aussi d'appréhender les conditions d'écoulement au sein des goutteurs et donc d'avoir une idée de la

sévérité et de la vitesse de colmatage. Mais il s'agit de modélisations, qui peuvent ne pas être adaptées aux contextes réels d'utilisation des goutteurs. Ces méthodes ne sont donc pas toujours suffisantes pour évaluer les mécanismes de colmatage et piloter les opérations de maintenance en plein champ. Pour cela, l'utilisation de méthodes de mesure permettant de qualifier et de quantifier le colmatage est nécessaire.

### **I.5.2 Détection et analyse du colmatage**

Peu de méthodes ont un potentiel pour offrir une mesure du colmatage en plein champ et sans destruction des goutteurs. En revanche, de nombreuses méthodes ont été appliquées à l'échelle du laboratoire pour approfondir les connaissances sur les mécanismes de colmatage. Les méthodes de suivi de débit permettent d'avoir un suivi en plein champ, même si elles ne permettent pas de directement détecter le colmatage.

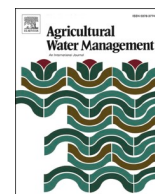
Dans le cadre de cette thèse, un article de revue a été rédigé afin d'offrir une vision globale des méthodes actuellement employées en plein champ et au laboratoire pour l'étude du colmatage avec leurs forces et leurs faiblesses. La seconde partie de cet article se focalise sur des méthodes ayant un fort potentiel pour la détection, le suivi et la caractérisation du colmatage en plein champ. Ces méthodes ont été retenues de par leur capacité à gérer un ou plusieurs types de colmatage et pour être applicable à des échelles proches des goutteurs.

Cet article a été publié en octobre 2022 dans la revue *Agricultural Water Management*.



Contents lists available at [ScienceDirect](https://www.sciencedirect.com)

# Agricultural Water Management

journal homepage: [www.elsevier.com/locate/agwat](http://www.elsevier.com/locate/agwat)

## Methods for drip irrigation clogging detection, analysis and understanding: State of the art and perspectives

Julien Petit<sup>a,b,\*</sup>, Sílvia Mas García<sup>b</sup>, Bruno Molle<sup>a</sup>, Ryad Bendoula<sup>b</sup>, Nassim Ait-Mouheb<sup>a</sup>

<sup>a</sup> INRAE, UMR GEAU, University of Montpellier, 361 Rue Jean François Breton, 34090 Montpellier, France

<sup>b</sup> INRAE-SupAgro, UMR ITAP, 361 Rue Jean François Breton, 34090 Montpellier, France

### ARTICLE INFO

Handling Editor - Dr R Thompson

#### Keywords:

Lab-scale measurement  
in situ measurement  
In field measurement  
Sensors

### ABSTRACT

Clogging is one of the main ageing factors in drip irrigation. Clogging can be physical, chemical or biological. The adequate maintenance procedures to be applied differ according to the type of clogging involved. It is therefore noteworthy to first determine the nature and amount of clogging in the field before managing maintenance operations. Laboratory-based methods can help to understand the clogging mechanisms. However, these methods require either the extraction of samples and thus the destruction of drippers or a specific installation such as transparent flow cells to observe clogging. In the field, several methods based on hydraulic measurements can estimate the presence of clogging. However they provide an indirect estimation and do not necessarily reflect the early stages of clogging. There is currently no direct method for detecting clogging in the field in the drippers. The difficulty arises both from the variety of clogging materials to be detected and from the small section of the dripper channels of the order of 1 mm<sup>2</sup>. This review analyses the pros and cons of several types of sensors (electrical, mechatronic, acoustic and optical) that offer potential perspectives to meet this need.

### 1. Introduction

Irrigation systems are structures that ensure the supply of water to a crop. Many irrigation techniques are employed around the world, but drip irrigation is becoming increasingly popular for irrigating crops. Drip irrigation allows for irrigation efficiency up to 90 % (Camp et al., 2000) since the amount of water delivered to the plant is optimised. It allows for high irrigation uniformity, makes water saving practices easier to operate and can encourage fertigation (supply of fertilizer in solution to the irrigation water) or the use of non-conventional water resources (e.g. reclaimed wastewater, saline/brackish water) as it limits contact between the irrigation water and the crop (Lamm et al., 2006). Drippers can be subject to a flow-pressure law (non-pressure compensated or NPC drippers) or can provide a fixed flow rate, regardless of the pressure imposed (pressure compensated or PC drippers) thanks to the addition of an elastomer membrane. The drippers can provide flow rates between 0.5 and 4 L.h<sup>-1</sup> depending on the type of dripper chosen. However, drip irrigation is prone to clogging, in particular the channel inside drippers that regulate the irrigation flow. This channel is usually narrow, with a water flow cross-section of the order of a square millimetre (Adin and Sacks, 1991; Lequette et al., 2020), and forms a labyrinth that causes a

turbulent flow regime to develop (Al-Muhammad et al., 2019). On one hand, this allows for the water pressure to be dissipated and the desired flow rate to be achieved at the dripper outlet. On the other hand, this geometry creates a flow consisting of a high velocity main flow and vortex zones in the corners of the channel. The size of the channel and the existence of these vortex zones make the drippers susceptible to clogging (Ait-Mouheb et al., 2019; Lequette et al., 2020). Clogging can alter the irrigation rate and thus decrease both the efficiency and uniformity of the irrigation system (Lamm et al., 2006; Niu et al., 2013), thus representing a bottleneck in the durability of drip irrigation system performance (Adin and Sacks, 1991).

Three major types of clogging can be distinguished: physical, chemical and biological (Adin and Sacks, 1991; Bucks et al., 1979). Each major type of clogging may be caused by specific elements and has therefore different mechanisms of formation such as deposit or attachment and potential effects on the flow rate. Clogging is conditioned by the quality of the irrigation water. The different quality parameters of irrigation water that are important for limiting clogging phenomena have been identified and associated thresholds have been determined to assess the risk of induced clogging (Ayers and Westcot, 1989; Nakayama and Bucks, 1981; Pitts et al., 1990).

\* Corresponding author at: INRAE, UMR GEAU, University of Montpellier, 361 Rue Jean François Breton, 34090 Montpellier, France.  
E-mail address: [julien.petit@inrae.fr](mailto:julien.petit@inrae.fr) (J. Petit).



Physical clogging is mainly affected by the amount of particles suspended in the water as well as their size (Niu et al., 2013; Oliveira et al., 2017) and can occur across a wide range of water sources (e.g. surface water, groundwater, reclaimed water). Despite the usual presence of upstream filtration, particles smaller than 110  $\mu\text{m}$  in diameter can still be found in the drippers. These particles can be categorized according to their diameter: fine sands (diameter between 200  $\mu\text{m}$  and 50  $\mu\text{m}$ ), silts (50–2  $\mu\text{m}$ ) and clays (< 2  $\mu\text{m}$ ). Since the particle size directly influences their behaviour, some particles are more likely to clog than others. According to the work of Oliveira et al. (2020), clays can be trapped in the drippers without any effect on the flow rate providing they stay dispersed. However, the work of Bounoua et al. (2016) suggested the formation of aggregates including clay (but not only) could occur with a strong clogging power when the water contained sodium, aluminium and calcium salts. Results provided by Niu et al. (2013) pointed out that the diameter of particles with the highest clogging potential ranges between 31 and 38  $\mu\text{m}$ . In addition, the concentration in particles can also affect the risk of clogging (Niu et al., 2013; Oliveira et al., 2017).

Chemical clogging results from the precipitation of elements in solution in the irrigation water and therefore depends mainly on the pH and conductivity of the water (Hills et al., 1989; Rizk et al., 2017; Zhangzhong et al., 2019). A pH superior to 8 and/or a conductivity superior to 3.0  $\text{dS}\cdot\text{cm}^{-1}$  as well as a temperature above 55  $^{\circ}\text{C}$  and a low partial pressure in  $\text{CO}_2$  all tend to raise the risk of chemical clogging (Bucks et al., 1979; Rizk et al., 2017). Several chemical elements can cause this phenomenon, including calcium, magnesium, carbonates, phosphates or iron (Rizk et al., 2017). However, the most frequent cause for clogging is calcium carbonate precipitate (Hills et al., 1989; Rizk et al., 2017). The formation of precipitates creates a deposit that evolves and can even modify the water flow area, inducing a variation in the dripper discharge rate.

Biological clogging is associated with the development of biofilms inside the drippers. The appearance of biofilms is favoured by the presence of bacteria in the irrigation water (average risk from 10,000 ppm) and the presence of organic matter, nitrogen and phosphorus which feed the bacteria (Bucks et al., 1979; Flemming et al., 2007). After attachment of the bacteria to the dripper walls, extracellular polymeric substances are secreted and help to form a biofilm matrix (Flemming et al., 2007; Lequette et al., 2020; Qian et al., 2017; Yan et al., 2009). The structure of the biofilms prevents them from breaking off due to water movement (Horn et al., 2003). Biofilm development can lead to a decrease in dripper flow by partially or totally obstructing the water flow (Zhou et al., 2013). The bacterial population of biofilms in drip irrigation can depend on many factors such as the nature of the irrigation water or the types of maintenance protocols used (Lequette et al., 2021). Since pathogenic bacteria can be present in a biofilm, they can therefore be found at the dripper outlet after detachment, causing potential health risks (Lequette et al., 2019). Although biological clogging is of particular concern when irrigating with reclaimed wastewater that contains a richer bacterial community and often carry suspended organic matter, it can still occur with any type of irrigation water.

Several types of clogging may be jointly present in an irrigation system, with couplings that may or may not aggravate the condition of the system (Chen et al., 2003; Ramachandru and Kasa, 2020; Rizk et al., 2019; Tarchitzky et al., 2013; Yan et al., 2009). Tarchitzky et al. (2013) observed the presence of clay particles in biofilms within drippers. Rizk et al. (2019) demonstrated that the presence of biofilms could favour the trapping of calcium carbonate precipitates, thus revealing the coupling of two types of clogging. In contrast, results from Ramachandru and Kasa (2020) highlighted a decorrelation between the presence of clay deposits and calcium carbonate deposits, suggesting an opposition between two types of clogging. Several interactions between clogging types thus seem possible and are currently rather poorly understood.

Knowledge on the type of clogging involved is essential for the proper management of irrigation systems. Indeed, maintenance

operations may differ according to the type of clogging. In the case of physical clogging, hydraulic flushing operations often coupled with acid injections are most often undertaken (Bucks et al., 1979; Puig-Bargués et al., 2010; Yu et al., 2018). This step consists of increasing the water flow speed within the pipes (between 0.3 and 0.6  $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ) to return the deposited particles to suspension in water. For chemical clogging, acid injections lead to a decrease in pH, which hinders the formation of precipitates and may favour their dispersion (Hills et al., 1989). For biofilms, chlorination or oxygen peroxide injection operations are usually carried out to clean the drippers and prevent biofilm development (Lequette et al., 2021; Song et al., 2017). Currently, these operations are performed either routinely to prevent clogging or in response to specific operating conditions such as irrigation water quality, temperature or pH. Recent work, however, has pointed out that the effects of these cleaning operations can have limits. The work of Yu et al. (2018) highlighted the limitations of hydraulic flushing for physical clogging control. Frequent flushing removes particles with diameters greater than 50  $\mu\text{m}$ , but particles smaller than 10  $\mu\text{m}$  require flushing at a higher pressure, which should be carried out before irrigation. This type of operation could therefore benefit by an adaptation to the size of the particles actually present in the system. In the case of chlorination, Song et al. (2017) showed that the choice of chlorination concentrations and duration had variable effects on the bacterial activity responsible for biological clogging. However, their results also demonstrated that biofilms could remain present independently of the selected chlorination method. Lequette et al. (2021) presented similar results on the use of chlorination coupled with hydraulic flushing. While maintenance operations, when performed routinely, improve the long-term efficiency and longevity of the irrigation system, they do not ensure the total elimination of clogging. The adaptation of maintenance operations according to the nature, location and quantity of clogging could allow for more effective maintenance. Thus, knowledge on in situ clogging could help improve the management of maintenance operations and enhance the performance and life span of drip irrigation systems.

Fig. 1 illustrates the evolution of the number of publications associated with clogging in drip irrigation since 1980 based on the Elsevier "Scopus" database. Several keywords have been added to identify general trends in the evolution of work on the subject. The keyword "analysis" aims to select studies dealing with clogging analysis. The keywords "detection", "sensor/sensing" and "quantification" point to studies focusing on in situ observations of clogging. Since the early 2000 s, the study of clogging has gained momentum and even accelerated since 2018. Most of this work aims at understanding the mechanisms of different types of clogging in drip irrigation. However, according to the results presented in Fig. 1, studies focusing on the detection or quantification of clogging only constitute a minor part of the total research conducted. Despite the boom since 2018, these issues are not the subject of more than 20 research articles per year, representing less than 15% of studies on clogging in drip irrigation. This may be due to several factors, including, on the one hand, the practical difficulty of in situ detection of drip irrigation clogging and, on the other hand, the cost of developing new methods. However, several methods exist, at different scales, to study clogging and could offer opportunities to detect clogging directly and thus allow a more accurate management of cost effective maintenance operations.

The objective of this paper is to review the main methods for clogging analysis in drip irrigation. This review begins by detailing several methods used at the laboratory scale to study clogging in drip irrigation. It then focuses on some methods used on the field to identify and analyse clogging phenomena. Finally, several technologies and methods applied to sensor design are presented in order to assess their potential for detecting and/or identifying clogging directly within drippers and to draw out perspectives.

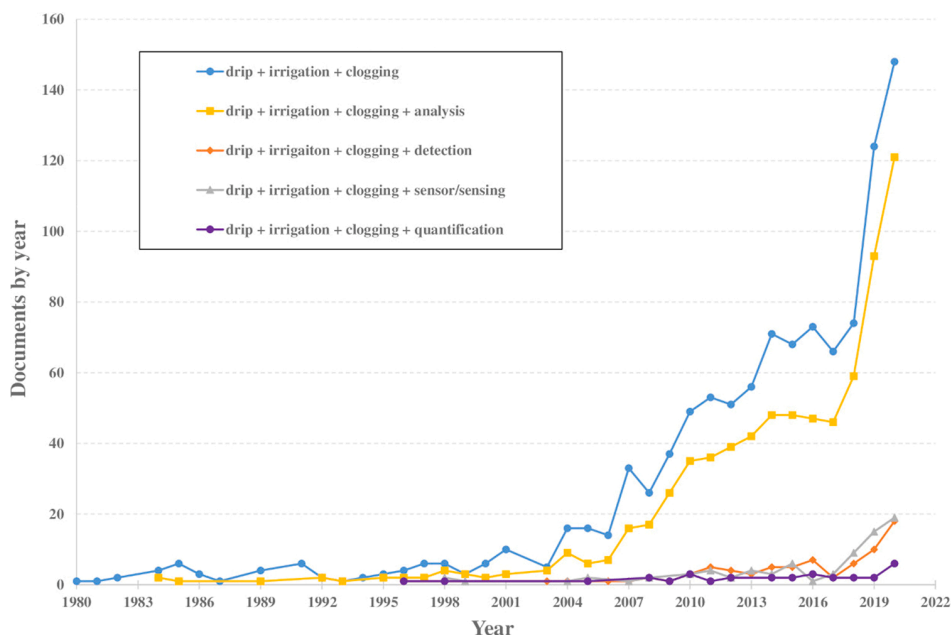


Fig. 1. “Scopus” search results of seven Used keywords: “drip”, “irrigation”, “analysis”, “detection”, “sensor”, “sensing”, and “quantification” combinations related to drip irrigation clogging research in recent decades.

2. Lab-scale methods for clogging evaluation

This chapter aims to present a non-exhaustive list of methods for analysing clogging in drip irrigation at laboratory scales. These methods have been divided into two categories: destructive methods, which require the extraction and destruction of the clogging sample, and non-destructive methods, which propose to study the samples without extracting them.

2.1. Destructive methods for clogging analysis

In order to study the mechanisms of clogging and assess its composition or quantity, the clogging material can be extracted from the dripper for laboratory investigation. On one hand this implies a necessary destruction of the clogged dripper but on the other hand offers noteworthy information. Table 1 summarises the methods presented in

this section.

Before extracting the clogging for further analysis, it can be interesting to locate it inside of the drippers. For that, optical microscopy can be used as it provides a closer look to clogging and take images (Puig-Bargués et al., 2005; Taylor et al., 1995; Yao et al., 2021). However, for the location of the clogging to be relevant, it is necessary to extract the dripper without damaging it. In the case of integrated drippers, this operation can be difficult and alter the location or even the nature of the observed clogging by mixing it with the materials constituting the drippers and the pipes. Moreover, this type of observation generally only provides qualitative and not quantitative information on the one hand and does not allow the identification of the nature of the clogging on the other.

Usually, a primary step for extracted clogging material analysis involves the identification of the organic and inorganic phases of a clogging sample extracted from drippers using mass measurement before

Table 1

Non-exhaustive summary of methods applied for drip irrigation clogging material analysis at laboratory scales.

Method	Scope of application			Information provided	References
	Physical clogging	Chemical clogging	Biological clogging		
Mass measurement	Yes	Yes	Yes	Quantification <sup>a</sup>	Rizk et al. (2019);Tarchitzky et al. (2013)
Mass measurement + infrared spectroscopy	Yes	Yes	Yes	Quantification <sup>a</sup> , composition <sup>b</sup>	Tarchitzky et al. (2013)
Optical microscopy	Yes	Yes	Yes	Disposition <sup>c</sup>	Puig-Bargués et al. (2005);Taylor et al. (1995);Yao et al. (2021)
X-Ray Diffractometry (XRD)	Yes	Yes	No	Composition <sup>b</sup>	Benlouali et al. (2021);Muhammad et al. (2021);Oliveira et al. (2020);Ramachandrala and Kasa (2020);Rizk et al. (2017);Yao et al. (2021);Zhou et al. (2019)
Scanning Electron Microscopy (SEM)	Yes	Yes	Yes	Quantification <sup>a</sup> , composition <sup>b</sup> , disposition <sup>c</sup>	Benlouali et al. (2021);Tarchitzky et al. (2013);Yao et al. (2021)
Phospholipid fatty acid (PLFA) analysis	No	No	Yes	Quantification <sup>a</sup>	Oliver et al. (2014);Yan et al. (2009)
Extracellular polymeric substances (EPS) extraction	No	No	Yes	Quantification <sup>a</sup>	Oliver et al. (2014);Yan et al. (2009)

<sup>a</sup> Estimation of the quantity of the sample (e.g. mass, number).  
<sup>b</sup> Discrimination between several elements in the sample.  
<sup>c</sup> Localisation of the elements in the sample.

and after combustion (Rizk et al., 2019; Tarchitzky et al., 2013). This step allows for the presence of mineral compounds associated with physical and chemical clogging to be assessed and the proportion of these compounds relative to the total sample mass can thus be evaluated. Tarchitzky et al. (2013) coupled this process with infrared spectroscopy measurements to correlate the amount of organic and inorganic material with absorption spectra that provide information on the composition of the sample. Following combustion, only a spectral absorption peak associated with clays was observed. This method therefore highlighted the existence of two types of clogging that had occurred simultaneously, thus showing a potential for clogging type discrimination.

To analyse the nature of clogging on solid samples, several studies have employed X-ray diffractometry (XRD) to determine the crystalline structure of the sample (Benlouali et al., 2021; Li et al., 2019; Muhammad et al., 2021; Oliveira et al., 2020; Ramachandru and Kasa, 2020; Rizk et al., 2017; Yao et al., 2021; Zhang et al., 2020; Zhou et al., 2019). Thanks to this method, the presence of crystalline compounds such as calcium carbonate precipitates and can be assessed based on their crystalline structure in order to understand their formation mechanisms like precipitation or deposition. In this way, Rizk (2017) was able to demonstrate the presence of calcium carbonate precipitates within dehydrated biofilm samples developed in a Taylor-Couette reactor using treated wastewater. The presence of two types of clogging was observed in conditions of shear stress close to that observed in drip irrigation. This work also allowed for the crystallization structure of calcium carbonate precipitates to be identified. The other study mentioned used XRD on samples extracted from clogged drippers where the type of clays present in the clogging (Oliveira et al., 2020) could be identified and where the joint presence of clays and calcium carbonate could be observed in the samples (Ramachandru and Kasa, 2020; Yao et al., 2021), thus indicating a coupling between physical and chemical clogging. In addition, the use of the Rietveld refinement method on the XRD results seems to provide more detailed information on the composition of the sample (Zhang et al., 2020). Consequently, this method could be employed to determine the composition of solid crystalline samples and to deduce the presence of chemical precipitates and/or clays that are responsible for clogging. Despite its performance for discrimination and its frequent application for irrigation clogging analysis, XRD requires a minimum mass of the order of 10 g of extracted and dried samples (Bunaciu et al., 2015) that can limit its application.

Another commonly used method for the analysis of solid compounds is Scanning Electron Microscopy (SEM). SEM can allow for the dried sample to be observed directly and for its size and component layout to be assessed. Thanks to SEM, Ribeiro et al. (2018) could observe and quantify biofilms within drippers and correlate their presence with operating conditions. Several studies have coupled SEM with XRD in order to retrieve a global view of the clogging material (Benlouali et al., 2021; Ribeiro et al., 2018; Tarchitzky et al., 2013; Yao et al., 2021). On the one hand, this approach allows for the proportion of each solid identified in the sample to be evaluated. On another hand, information on the clogging mechanisms can be obtained from the arrangement of the sample. Despite promising SEM observations, the requirement for dry samples and the heaviness of the equipment make this technology unsuitable for on field measurements.

For the analysis of biofilms and of bacterial activity in particular, essentially two parameters are monitored (Oliver et al., 2014; Yan et al., 2009; Yao and Habimana, 2019): Firstly, phospholipidic fatty acids (PLFAs), one of the main constituents of bacterial cell membranes are used as indicators to qualify and quantify the presence of biofilms. Secondly, extracellular polymeric substances (EPSs) produced by bacteria to form biofilms can also be measured as indicators of biofilm formation. These two parameters are most commonly monitored for identifying and quantifying the presence of biofilms. However, the methodology requires the extraction of biofilm samples, thus implying an isolated and destructive measurement (Oliver et al., 2014; Yan et al.,

2009). The study of biofilms and bacterial communities can be further developed. Indeed, Oliver et al. (2014) and Lequette et al. (2019), worked on additional sequencing steps allowing for the different types of bacteria, and thus for health risks in particular, to be assessed.

These methods are therefore efficient for the analysis of clogging-related elements and have been widely used for the study of clogging in drip irrigation. The results thus obtained have made it possible to locate clogging inside of the dripper, to determine and quantify the composition of certain types of clogging, to highlight the coupling between the various clogging materials and to help understanding clogging formation mechanisms. However, these methods all share the drawback of requiring extracted and often dried samples. As mentioned earlier, the extraction of drippers and thus clogging samples can be difficult and can lead to incorrect information if the sample is damaged. They are therefore unsuitable for direct monitoring of clogging within the drippers in an open field installation.

## 2.2. Non-destructive methods for clogging analysis

Several non-destructive methods, mainly based on optical measurements, have been applied in the laboratory to characterize clogging in drip irrigation. The methods discussed in this section are summarized in Table 2.

Optical microscopy was employed by Ait-Mouheeb et al. (2019) and Oliveira et al. (2020) to locate physical clogging inside dripper-shaped flow cells equipped with a transparent glass wall. In these studies, the areas that were most susceptible to clogging within dripper channels were located. These results were obtained with clays and biofilms, covering two types of clogging directly inside the flow cell systems. Ribeiro et al. (2018) used optical microscopy on biological samples collected from irrigation water. Some bacteria could be identified; however this required the extraction of the samples. Optical microscopy can therefore allow for direct observations of clogging under certain conditions. The nature of the clogging can also be identified, but this remains limited to visual observations. Clogging within the drippers seems difficult to accurately quantify and discriminate with this method, since the provided information consists in images that are subject to interpretation.

One of the favourite methods for studying and quantifying biofilms in situ is optical coherence tomography (OCT) (Horn et al., 2003). OCT provides a three-dimensional view of a sample and allows for questions of volume, porosity and composition to be addressed on biological samples (Wagner and Horn, 2017). This method has therefore been applied in drip irrigation, mainly for the characterization of biological clogging (Lequette et al., 2020; Qian et al., 2017). Qian et al. (2017) and Lequette et al. (2020) used OCT to characterise biofilm development in drippers equipped with a transparent wall and functioning with treated wastewater. They were able to measure the clogging thickness and to visualize its location inside a dripper channel with a transparent wall. By coupling these two parameters the percentage of volume covered by biofilm in the dripper channel could be estimated. Petit et al. (2021) used OCT in a simplified context representing drippers clogged with clays, sand and calcium carbonate. The thickness of the clogging layer was measured, thus extending the use of OCT to non-organic materials. However, due to the opacity of materials such as clays or calcium carbonate at the working wavelength of OCT, it remains impossible to detect the porosity of the sample or the presence of other elements in this type of clogging.

Recently, Zhou et al. (2021) used 3D industrial computed tomography (3D-ICT) to directly characterize biofilms in a dripper. This method uses x-ray radiation for viewing the inside and outside of an object. In this study, a three-dimensional representation of the clogging was obtained through the non-transparent dripper walls. A marking agent was used in order to distinguish the biofilm from the water and the walls of the dripper. Since it is a new element within the system, the presence of a marking agent can alter the composition and growth of biofilms in

**Table 2**

Non-exhaustive summary of lab-scale methods applied for direct clogging analysis in drip irrigation without sample destruction.

Method	Scope of application			Information provided	References
	Physical clogging	Chemical clogging	Biological clogging		
Optical microscopy	Yes	No	Yes	Detection <sup>a</sup> , localisation <sup>b</sup>	Ait-Mouheb et al. (2019), Oliveira et al. (2020)
Optical Coherence Tomography (OCT)	Yes	Yes	Yes	Detection <sup>a</sup> , localisation <sup>b</sup> , quantification <sup>c</sup>	Lequette et al. (2020), Petit et al. (2021), Qian et al. (2017)
3D Industrial Computed Tomography (3D-ICT)	Yes	Yes	No	Detection <sup>a</sup> , localisation <sup>b</sup> , quantification <sup>c</sup>	Zhou et al. (2021)

<sup>a</sup> Identification of the presence of the clogging material.

<sup>b</sup> Localisation of the clogging material inside of the sample.

<sup>c</sup> Estimation of the quantity of the clogging material.

some cases or even change the clogging mechanisms. However, biofilm thickness can be measured with this method and the clogged areas can be identified. The use of a marking agent for identifying the clogging material works well with biofilms but it is still unclear whether it would work with inorganic materials.

Non-destructive imaging methods are of particular interest to assess the localization of clogging in drippers. However, it is almost always necessary to have a transparent wall to acquire the images. OCT and 3D-ICT are methods with a great potential for monitoring biological clogging at laboratory scales. OCT provides access to fine quantification data while 3D-ICT does not even require a transparent wall. Nevertheless, these laboratory methods are not adapted to field measurements, since they are still too expensive and equipment-heavy.

The methods used at laboratory scales provide a large amount of information on the composition or quantity of clogging. Destructive methods can be applied to extracted material, which may originate from the equipment itself. These methods can be used for assessing the amount of clogging extracted and its composition. Non-destructive methods usually allow for the study of clogging in a context where measurements are made easier but where the reality of drip irrigation is not systematically reflected. However, these methods also allow for the clogging to be located or to be monitored. Although this information is essential for understanding the mechanisms of clogging in drip irrigation, it cannot be generally obtained on real field equipment using these current methods. On-field measurements would provide concrete information on real installations and thus contribute to the management of maintenance operations. The following chapter focusses on the direct assessment of clogging in the field with a description of the potentially interesting methods for this purpose.

### 3. On field methods for clogging evaluation

This chapter focuses on several methods used in the field to assess clogging phenomena. The first section presents evaluations of clogging in the field based on measurements of dripper output. The second section focuses on methods for detecting malfunctions in irrigation equipment that may be due to clogging.

#### 3.1. Discharge monitoring

As explained earlier, clogging in drip irrigation becomes an issue when it affects the flow rate of the drippers and the uniformity of the irrigation. It is therefore natural that, in practice, the evaluation of clogging is mainly performed by discharge monitoring (Oliveira et al., 2017; Pereira et al., 2020; Ravina et al., 1992, 1992). Flow measurement is usually carried out by measuring a volume of water leaving one or several drippers during a given time. Several indicators can be calculated using the flow measurement. Firstly, the flow measurement and the calculation of the relative flow rate (Dra) (Li et al., 2015) reveal the evolution of the flow rate on a given dripper and thus possible problems can be detected. Secondly, the uniformity of irrigation can be evaluated

by measuring the flow rate on several drippers and by calculating indicators such as the Christiansen uniformity coefficient (CU) (Christiansen, 1942) or the emission uniformity (EU) (Keller and Karmeli, 1974). Thanks to these indicators, the overall operating status of an irrigation system can be assessed. They can also contribute to guide maintenance operations or plan the renewal of equipment. However, to calculate these indicators, the flow rate is usually measured on a certain number of drippers (of the order of 15–30 drippers) spread over the whole installation. As a result, clogging may not be detected during the measurement if none of the selected drippers is affected, and these indicators may have very low uniformity values if few tested drippers are clogged. In addition, the flow and uniformity values to be used as a trigger for cleaning operations or equipment replacement have never been clearly defined. These indicators are therefore not fully effective in detecting and combating clogging. Solutions integrating sensors over the entire field, such as proposed by (Klein et al., 2018), could offer an interesting alternative to flow measurement.

Standardized laboratory tests are also usually carried out to assess the sensitivity to clogging of different types of drippers and drip irrigation lines (Bodole et al., 2016; Koech et al., 2015; Pereira et al., 2020). These tests consist of running drip irrigation lines with water loaded with solid particles. Different irrigation schedules and different particle sizes and concentrations are usually tested to test the resistance of the system to conditions highly conducive to clogging. For more details about the test procedures, see Koech et al. (2015). New protocols are regularly proposed for the monitoring of clogging based on flow monitoring. For example, Camargo et al. (2014) proposed a coupling between flow measurement and head loss measurement in pipes to precisely estimate the degree of clogging and its location in one lateral. However, this specific protocol has never been applied in the field to assess the real operating conditions of the irrigation system mainly because of the cost of pressure transducer used.

Monitoring dripper discharge can be time-consuming and cannot always be applied, for example in the case of underground drip systems. Flow measurements can also be provided by automated instrumentation, thus limiting the workload. In practice, flowmeters can be placed in the field to provide this data (Camargo et al., 2014; Ravina et al., 1992). Different types of sensors exist to perform flow measurements (e.g. turbine flowmeters, electromagnetic, ultrasonic) (Kolmetz et al., 2007). However as these sensors are usually installed on the pipes and not on the drippers themselves, the influence of clogging within the drippers is more difficult, even impossible to detect from the flow within the pipe. Measurements at a millimetre scale, as in drippers, are therefore an issue with these sensors. Moreover, because the price of this type of equipment does not allow for it to be used on the entire system, it is necessary to carefully place the measurement spots across the overall installation.

Pressure monitoring within the pipes can also help to understand the clogging phenomena in the drippers. Pova and Hills (1994) and Camargo et al. (2014) tested the use of pressure transducers but concluded that these sensors are too fragile and too expensive to constitute a feasible solution for clogging monitoring in the field. The



use of pressure sensors could limit the total cost of the equipment, but these low-cost sensors have a lower sensitivity than the pressure transducers used in these studies and may not be able to provide sufficiently fine pressure measurements to allow monitoring of clogging. Low-cost pressure sensor also presents the same shortcoming as flow sensors, since they can only be installed on the pipes and not directly on the drippers for scale reasons.

More recently, studies have combined direct and automated flow measurements with IoT-based management protocols in order to provide precise irrigation control (Abioye et al., 2021; Menon, 2021; Singh and Saikia, 2016). Abioye et al. (2021) and Singh and Saikia (2016) proposed to couple an evaluation of evapotranspiration via meteorological parameters like temperature or wind speed with measurements of soil flow and moisture. All measurements were centralized in a program dedicated to the control of irrigation according to the water requirements estimated via evapotranspiration and to the detection of irrigation malfunctions via flowrate and soil moisture measurements. However, the effectiveness of this type of monitoring still needs to be further explored. In addition, Menon (2021) proposed to monitor the malfunctioning of a drip system by only using a flow rate sensor and a pressure sensor located immediately after the pumping system. The results are promising and have allowed for maintenance operations to be piloted. However, for a more thorough analysis, further data is still required. The advantage of IoT-based systems is that they offer both irrigation and maintenance control solutions while using low-cost equipment.

Flow and pressure monitoring provide significant information for assessing the overall functioning of the irrigation system and for estimating its efficiency. However, this type of monitoring does not allow for the nature of the flow variation to be identified. In practice, a variation in flowrate is not only caused by clogging, but also by technical issues or ageing of the irrigation system and may not be fully assessed when using standard protocols for irrigation flow and uniformity evaluation. In addition, several laboratory studies have pointed out that, in the first instance, clogging usually occurs without any change in flowrate (Lequette et al., 2020; Oliveira et al., 2020). In such cases, cleaning operations would not be initiated due to the undetected presence of clogging. Flow and pressure monitoring therefore represent an incomplete approach for early clogging detection and evaluation. Nevertheless, the use of flow and pressure monitoring to locate problem areas holds promises for the development and placement of new methods on a field installation.

### 3.2. In situ detection of drip irrigation malfunctions

Many solutions for automated irrigation scheduling and monitoring exist on the market. Romero et al. (2012) reviewed these methods according to how they work. Among these methods, some involve the measurement of the amount of water in the soil in order to evaluate the quality of the irrigation. The use of tensiometers or soil moisture sensors is widespread and allows for over- or under-irrigation to be avoided by optimal control. This type of approach can also be considered to detect variations in the functioning of the irrigation, on condition that there are a sufficient number of sensors. The detection of an under-irrigated area can thus contribute to identify a malfunction in the irrigation system and in particular the clogging of drippers. Nevertheless, such methods require high maintenance costs, and are rather reserved for research questions instead of practical use.

Dag et al. (2015) highlighted the use of thermal remote sensing to detect drip irrigation malfunctions. This study focused on leakage detection, but the results presented could also contribute to identify the presence of clogging by detecting an increase in soil temperature. Wang et al. (2021) used ground-penetrating radar data to assess the volume of the wet bulb under drip irrigation. When the functioning of one or more drippers is altered by the presence of clogging, a variation can be observed in the dimensions of this wet zone. Thanks to these methods, it

would be possible to assess the variations in the quantity of water supplied to the soil either by using inexpensive sensors (e.g. tensiometers, soil moisture sensors) installed in large numbers in order to retrieve overall information, or by performing a global measurement over a large area (temperature measurement, radar). However, due to the nature of the measurements carried out, they share the same drawbacks as flow measurement methods for the characterization of clogging in drip irrigation.

The methods currently used in the field are noteworthy: they allow for the efficient detection of problems in the irrigation system and thus prevent their repercussions on the crop. However, in the specific case of clogged drippers, these methods remain insufficient. Indeed, they do not detect the clogging early enough, before it can have an influence on the flow rate as mentioned earlier and they do not provide information on the nature of the clogging. With these methods, the management of maintenance operations can be carried out when a problem is detected but they cannot be directly optimised according to the presence and nature of clogging. As a result, there is currently no method in the field of irrigation that seems suitable for early in situ detection and analysis of dripper clogging. The following section provides examples of methods used in contexts other than irrigation that might fill this gap and offer new perspectives.

## 4. Sensor-scale detection methods of interest

An in situ measurement in the field would allow for the detection and observation of clogging in real-time conditions. The clogging would therefore be detected before it could affect the flow rate and thus an optimal maintenance of the equipment could be performed. This chapter aims to explore the range of in situ methods that can be applied to the detection of clogging in drip irrigation. These methods were selected according to three criteria: 1) They can be used for the detection and/or quantification of materials associated with clogging in drip irrigation (cf. Section 1); 2) They can offer a non-destructive and in situ measurement; 3) Their detection area can reach a scale small enough to consider their application inside dripper channels. The methods in this non-exhaustive list are presented as examples. They have been sorted into three categories according to the type of measurement performed and are summarized in Table 3.

**Table 3.** Overview of the sensor-scale methods of interest retained for drip irrigation clogging in situ and non-destructive measurement.

### 4.1. Electrochemical detection methods

Electronic sensors measure the evolution of electrical parameters (e.g. potential, impedance) relative to the formation of a deposit on a detection surface. In particular, this type of sensor is used in the detection of biofilms in various contexts such as water or food industry (Mollica and Cristiani, 2018; Paredes et al., 2014; Pavanello et al., 2011; Turolla et al., 2019; Yang and Bashir, 2008).

Pavanello et al. (2011) proposed a sensor involving a stainless steel surface where biofilm growth induces a change in the electrical potential. The detection zone was a circle with a diameter of about 2 cm on which the biofilm must grow to be detected. Detection was ensured above 1 % coverage of the detection area, which represents a deposit of about 3 mm<sup>2</sup>. This sensor was tested by the authors in a seawater tank and in a desalination plant. As a result, the sensor does effectively detect the presence of a biofilm and acts as an indicator for controlling chlorination cleaning operations. The sensor also appeared to be capable of differentiating between biological and inorganic deposits, although there was no result to support this assertion in the study. For drip irrigation, the size of this type of sensor and its sensitivity are not suitable for measurements inside the drippers. Nevertheless, if downscaling of the equipment can be possible, the method would become of interest for monitoring biological clogging.

Turolla et al. (2019) proposed an impedance sensor that can detect

**Table 3**  
Overview of the sensor-scale methods of interest retained for drip irrigation clogging in situ and non-destructive measurement.

Method	Category	Commercial reference (if any)	Application field	Scope of application			Materials tested	Dimensions		Information provided <sup>a</sup>	Sensitivity <sup>b</sup>	References
				Physical clogging	Chemical clogging	Biological clogging		Equipment <sup>c</sup>	Sensing area <sup>d</sup>			
Potential sensor	Electrical	ALVIM biosensor	Reverse osmosis desalination	No	No	Yes	Biofilm, inorganic deposit	Not precised	2 cm Ø	Detection, discrimination	Area of 3 mm <sup>2</sup>	Pavanello et al. (2011)
Impedance sensor	Electrical		Water pipes and tanks	No	Yes	Yes	Biofilm, calcium carbonate precipitates	~ 1 mm	30 µm length	Detection, discrimination, quantification	2 µm thickness	Turola et al. (2019)
Mechatronic surface sensor	Mechanical		Water pipes and systems	Yes	No	Yes	Biofilm, silica particles	~ 20 cm	60 mm length	Detection, quantification, discrimination	20–45 mg. cm <sup>-2</sup> deposit	Perreira et al. (2008)
Ultrasound sensor	Acoustic	1ME21TR OSENON	Water pipes	No	No	Yes	Biofilm, hydro absorbent polymer	Unknown	400 mm length	Detection, quantification	40 µm thickness	Davis and Silva (2021)
Ultrasound sensor	Acoustic	Model 5072PR (Olympus, Center Valley, PA, USA)	Reverse osmosis desalination	No	Yes	No	Calcium carbonate precipitates	~ 5 cm	8 mm <sup>2</sup> area	Detection	20 µm particle size	Mizrahi et al. (2012)
Decad plastic optical fibre sensor	Optical		Heat exchangers	No	No	Yes	Biofilm	5 cm length	5 cm length	Detection, quantification	~ 1 nm	Philip-Chandy et al. (2000)
UV-LED optical fibre sensor	Optical		Water bioreactors and pipes	No	No	Yes	Biofilm	25 cm length	25 cm length	Detection, quantification	4000 cells/cm <sup>2</sup>	Fischer et al. (2012)
Ultracompact spectrometer	Optical	MEMS-based spectrometer (NIRONE Sensor, Spectral Engines, Finland)	Beer can filling system	No	No	Yes	Biofilm	2.5 cm length, height and depth	0,22 mm Ø	Detection	Not evaluated	Zimmerleifer et al. (2020)
Grazing incidence laser	Optical		Membrane filtration	Yes	No	No	Clays	~ 10 cm	2 mm length	Detection, quantification	10 µm thickness	Mendret et al. (2007)
Visible-NIR spectrometer	Optical		Drip irrigation	Yes	Yes	No	Clays, sand, calcium carbonate precipitates	Not precised	2 mm Ø	Detection, quantification, discrimination	~ 150 µm thickness	Pett et al. (2021)
Fouling sensor system	Optical	OPTIQUAD sensor system (KROHNE Optosens GmbH, Neuss, Germany)	Process pipes	Yes	Yes	Yes	Biofilm, clay, calcium carbonate precipitates, corrosion particles	Not precised	~ 10 cm Ø	Detection, quantification	10 µm thickness	Strathmann et al. (2013)

<sup>a</sup> Nature of the information provided by the sensor. Detection: presence or absence of clogging material. Quantification: estimation or measurement of the quantity of clogging material (e.g. thickness, volume, number).  
<sup>b</sup> Discrimination: differentiation between different clogging materials.  
<sup>c</sup> Limits on the amount of clogging material needed to ensure that related information is obtained. This quantity is taken from the original articles.  
<sup>d</sup> Characteristic size of the instrumentation needed to perform the measurement  
<sup>e</sup> Size of the measurement area specified in the original article.

biofilm growth and calcium carbonate deposits on gold electrodes. The sensor consists of several pairs of electrodes with a width and spacing of 10  $\mu\text{m}$ . The minimum detection area therefore covered a width of 30  $\mu\text{m}$  with a length of 2000 mm and a height of 0.7 mm. The presence of biofilm or calcium carbonate deposits on the electrodes resulted in a change in impedance, which led to the detection and identification of the nature of the deposit. This sensor was tested in a reactor under favourable conditions for the development of a biofilm and deposition of calcium carbonate precipitates. The sensor had a detection threshold of the order of 2  $\mu\text{m}$  in thickness of clogging material and could differentiate between the two types of materials tested. The measurement scale of the sensor therefore seems relevant for the evaluation of chemical and/or biological clogging in drippers. Furthermore, the authors envisage prospects for reducing detection thresholds and equipment size.

These approaches are noteworthy and could offer solutions for in situ and non-destructive clogging detection in drip irrigation. However, it is not known whether materials associated with physical clogging such as clays or silt could be detected using electronic sensors. In addition, both methods require the development of fouling on metallic surfaces: stainless steel or gold, therefore, the intrusiveness of this type of material in drippers will still need to be tested to ensure that the presence of the sensor does not alter the normal dripper operation. Indeed, dripper walls are usually composed of polyethylene or PMMA. The major interest is that the scale at which these methods are applied can be reduced. Their potential to detect, distinguish and quantify clogging materials found in drip irrigation gives them a promising perspective that could be further explored through laboratory and on-field trials.

#### 4.2. Mechanical detection methods

Mechatronic sensors convert mechanical motion data into an electrical signal. By doing so, variations in motion can be detected and associated with the parameter to be monitored. [Pereira et al. \(2008\)](#) used a mechatronic sensor to monitor the contamination of a surface by bacterial growth or particle deposition. This sensor comprises a PVC plate (length = 210 mm, width = 80 mm, thickness = 1 mm) on which the clogging takes place. The plate is equipped with two piezoelectric actuators spaced 60 mm apart: the first one sends a vibratory movement to the plate while the second one measures the propagation of the vibration. The evolution of the vibration between the two actuators makes it possible to determine whether the plate is covered with clogging material or not. Sensor operation was tested in a flow cell with an internal diameter of 30 mm and a length of 1200 mm, fed with water containing bacteria and silica particles. The normalized amplitude of the vibration was the parameter indicating the presence of deposits. The authors observed an evolution of the amplitude that was proportional to the amount of deposit on the sensor. Moreover, the amplitude evolution coefficient was different for biofilm and silica, the two types of clogging studied. These results support the capacity of this sensor to discriminate between the two types of clogging and to quantify them. However, the minimum clogging masses measured in this work were about 20  $\text{mg}\cdot\text{cm}^{-2}$  and 45  $\text{mg}\cdot\text{cm}^{-2}$  for biofilms and silica respectively. It is therefore impossible to assess the true performance of the sensor on lower masses. Moreover, this approach discriminates materials according to their viscosity and thus may not be capable of discriminating between solid materials (clays or precipitates). Finally, the scale of application of this sensor is currently too large for it to be efficient in the detection of clogging in drip irrigation. As mentioned for the electrical sensors, it would be necessary to investigate the influence of the sensing surface material on the irrigation equipment. Nevertheless, since mechatronic sensors have not been widely used in water environments, this type of study might encourage their development and encourage the down-scaling of measurements for example.

#### 4.3. Acoustic detection methods

Wave sensors are based on the emission of an acoustic wave into the measurement area and the evaluation of its evolution. [Davis and Silva \(2021\)](#) proposed the use of ultrasonic sensors for the detection of biofilms in water pipes. These sensors were tested on a 400 mm long, 80 mm diameter cylindrical chamber containing water and biofilms or a hydro absorbent polymer. The ultrasonic transmitter and receiver sensors were placed on either side of the chamber, 400 mm apart. According to their results, the change in voltage associated with the attenuation of ultrasound by clogging materials allowed for the presence of clogging to be assessed. In this way, it seemed possible to detect a biofilm from a thickness of 40  $\mu\text{m}$ . The voltage variation appears to correlate with the quantity of biofilm and would therefore allow for an assessment of the quantity of biofilm. However, further results are still required to fully validate this approach and evaluate its relevance for further applications.

Ultrasonic waves have been also used by [Mizrahi et al. \(2012\)](#) for detecting calcium carbonate precipitates inside reverse osmosis desalination equipment. In their approach, the ultrasonic sensors would generate a wave that would reflect on a membrane. This wave would then be recovered in order to assess the presence of calcium carbonate precipitates on the membrane surface. Tests were carried out in a 770 mm by 20 mm rectangular reverse osmosis desalination cell supplied with an aqueous solution containing calcium chloride and sodium bicarbonate. Each sensor covered a membrane area of approximately 8  $\text{mm}^2$ . They observed a significant reduction in the amplitude of the reflected wave when calcium carbonate precipitates with a diameter of 20  $\mu\text{m}$  were present. These precipitates were detected before they affected the operation of the plant and the use of ultrasonic sensors successfully controlled the cleaning operations.

In these two studies, the use of ultrasonic sensors seems promising for the detection of biological and chemical clogging materials. However, since each approach focuses on a particular material, it is impossible to assess whether these sensors can discriminate the nature of the clogging materials. Nevertheless, despite the fact that the size of the equipment and the measurement areas are too large for drip clogging, this method can be installed outside the system and thus offer an in situ and non-intrusive measurement. To be evaluated, this noteworthy aspect would require further testing on installations more similar to drip irrigation.

#### 4.4. Optical detection methods

Optical sensors generally use light waves in the ultraviolet (UV), visible and/or infrared (IR) regions for the quantification or identification of elements. These sensors usually function in reflection mode, i.e. a light wave is sent to the measurement area and the reflected wave is measured. Optical sensors have been widely applied to the study of biofilms ([Fischer et al., 2012](#); [Philip-Chandy et al., 2000](#); [Strathmann et al., 2013](#); [Zimmerleiter et al., 2020](#)) but also to the study of inorganic compounds ([Mendret et al., 2007](#); [Petit et al., 2021](#); [Strathmann et al., 2013](#)).

For the characterization of biofilms, several approaches have been discussed. [Philip-Chandy et al. \(2000\)](#) used a 1 mm diameter plastic optical fibre made of PMMA for biofilm detection inside heat exchangers. 5 cm of the fibre, constituting the sensing extremity, was placed inside a flow cell representing an aqueous heat exchanger. A light signal at a wavelength of 660 nm was sent into the fibre and its output intensity was measured. Thus, the intensity variation was associated with the evolution of the refractive index of the water surrounding the fibre, thus reflecting the development of the biofilm. Despite the weak difference in refractive indexes between the water and the biofilm, the sensor seems to have been capable of detecting the presence of biofilms with a thickness greater than a few nanometres, although this data was not quantified by the authors. However, the sensor saturated when the

biofilm thickness was close to 1 mm. This type of measurement could be of interest for solid compounds whose presence could alter the refractive index of water. However, in the present state, the need to integrate the optical fibre into the system, as well as its dimensions, invalidate its application to drippers.

Fischer et al. (2012) used a photomultiplier tube with a diameter of 5 cm and a length of 25 cm as the basis of their sensor. This type of tube is equipped with detectors to measure the amount of photons inside it. The tube was fitted with UV-transparent surfaces to support biofilm growth inside it and optical fibres for emitting a signal at 280 nm towards the biofilm. After excitation by this light, the biofilm emitted light by fluorescence, which was measured by the sensor. This equipment allowed for the detection and quantification of biofilms as soon as they appeared with 4000 cells per  $\text{cm}^2$ . Despite the complexity of this equipment, the use of spectrofluorimetry for the detection and quantification of biofilms offers promising perspectives for the study of clogging in drip irrigation.

Optical sensors can also be used at low cost and in small-sizes. In this sense, the work of Zimmerleiter et al. (2020) proposed the use of near-IR spectroscopy for biofilm detection in a system for filling beer cans. Their approach was based on the use of an ultra-compact spectrometer with dimensions of about 2500 mm in height, width and depth equipped with an optical fibre with a diameter of 0.22 mm. This fibre was placed inside the system so that its tip served as a support for biofilm growth. The light signal carried by the fibre ranged between 1550 and 1950 nm. This method was able to detect the occurrence of a biofilm on the surface of the fibre tip, but its sensitivity has not been quantified by the authors. The use of equipment with these dimensions could be adapted to drippers. However, the potential of this method to detect other materials and to discriminate and quantify clogging needs to be further explored.

Optical sensors have also been used for the detection and quantification of inorganic materials. Mendret et al. (2007) used a 635 nm laser source and a charge-coupled device (CCD) camera to quantify clogging in membrane filtration. To test this method, a transparent Plexiglass membrane filtration cell was fed with water containing clays. The laser was emitted through the cell wall to reach the surface of the membrane over a 2 mm wide area, the camera recorded the reflected signal and the evolution of its intensity was used to determine the thickness of the clogging. According to these tests, this method could be used to determine the thickness of a clog composed of clay from 10  $\mu\text{m}$  to 80  $\mu\text{m}$  in thickness. This method therefore allows for the detection and quantification of physical clogging. However, it needs to be evaluated in order to assess whether it could allow for the quantification of different natures of clogging or for the discrimination between types of clogging. In addition, the measurement scale is still too high to be used on drippers.

Petit et al. (2021) also used optical measurements for the quantification and discrimination of inorganic materials. A light source ranging between 700 and 2200 nm and forming a measuring spot with a diameter of 2 mm was used. The authors set up samples successively containing inorganic material (two types of clay, sand and calcium carbonate precipitate) and water with a total thickness of 1 mm. These samples represented a clogging deposit in a dripper with dimensions and materials similar to a real one. These samples were placed in open glass cups for measurement. The tests results pointed out that, according to the spectrum reflected by the samples, it was possible to identify the material constituting the sample with an accuracy of about 97% and to estimate its thickness with an uncertainty of about 150  $\mu\text{m}$ . The uncertainties in the thickness measurement are high compared to the other types of measurements presented, but the ability to discriminate the clogging material remains a significant advantage for managing maintenance operations. Here, the size of the measurement area was too large compared to the dimensions of a dripper channel and the approach has not been tested on real drippers. Furthermore, as biological clogging was not addressed in this work, further tests on this type of clogging are still required to validate the approach.

Finally, Strathmann et al. (2013) used an optical sensor coupling

absorption spectroscopy and fluorimetry to study physical, chemical and biological clogging. Designed to detect all types of clogging in process systems, this sensor involves an optical fibre that sends a signal at 290, 340 and 810 nm for fluorimetry and scattering measurements. The light passes through a transparent window in the pipe, passes through the pipe and is reflected by a mirror. On one hand, the fluorimetric measurement detects the presence of biofilm with more than 105 cells per  $\text{cm}^2$ . The evolution of the signal as a function of thickness seems to have encouraged the use of this sensor in quantifying biological clogging. On the other hand, the scattering measurements allowed for the detection of clays, calcium carbonate precipitates or corrosion particles from a thickness of 10  $\mu\text{m}$ . Also in this case, quantification seems possible. The differentiation between biological and inorganic materials was ensured in the case where only one type of clogging was present but not if there were mixtures. It seems that differentiation between the different inorganic materials can be possible with this sensor but further testing is still required. Finally, the dimensions of the equipment have not been precisely detailed in this work; however the sensor appeared to be of the order of 10 cm in diameter and required an adapted installation to carry out these measurements. For a more varied use adapted to drip irrigation, a reduction and adaptation of the equipment is necessary.

Optical methods therefore represent a particularly promising technology and are the only methods in the sensor format presented in this paper that showed potential to detect, quantify and discriminate all clogging materials. However, they have a major drawback: according to the wavelengths used, it would be necessary for the system to have a transparent wall or for fibres to be implanted in order to emit and detect light signals. In the context of an application to drip irrigation clogging, this aspect should be the subject of adaptation work for these methods to be fully relevant with the usual equipment.

## 5. Conclusions

Clogging is a major constraint for the performance of the drip irrigation technique. It is a doubly complex problem: indeed, clogging can be physical, chemical and/or biological in nature, while it occurs inside the dripper channels, which have a cross-section of the order of 1  $\text{mm}^2$ . The variety of elements to be measured and the scale are significant constraints that have prevented any current method from offering the possibility of detecting, quantifying and qualifying the nature of clogging in small scaled drip irrigation emitters.

This article first provides an overview of the methods used in the laboratory and in the field, in order to understand the mechanisms of clogging and to develop means of control. Most of the articles published on the issue of clogging in drip irrigation focus either on a laboratory approach or on an evaluation of the efficiency of irrigation in the field based on monitoring of discharges or head losses. Laboratory methods have allowed for better identification of the clogging materials, of the predominant clogging zones within the drippers and for the observation of coupling between clogging types. However, these methods are not adapted to on-site measurements, mainly due to the complexity and cost of the equipment. As for the field methods, based on the evaluation of the flow rate of the drippers, they constitute excellent means to evaluate the global functioning of an irrigation system but do not allow for a direct measurement of clogging. In this case, the first stages of clogging development are usually not detected and the management of maintenance operations cannot be optimal.

Secondly this article proposes a few perspectives for the in situ detection of clogging, without any necessary destruction of drippers on the field. Focusing on the parameters of interest related to clogging types and scaling constraints, several methods were analysed in this paper. Electrical sensors, although intrusive, appear to have a potential for detecting clogging, in addition to their very small equipment sizes. Mechatronic sensors have been relatively unexplored but represent a promising alternative. Acoustic sensors boast the possibilities of measurement without any intrusion. Their installation could be adapted to



existing equipment already installed in the field. Finally, optical sensors offer a wide range of applications and seem to be able to provide quantitative and qualitative measurements of all materials of interest. The use of optical fibres with reduced dimensions could allow them to be adapted for drip irrigation without requiring transparent walls on the equipment. Many avenues of development therefore exist and could, in the long term, offer technical and practical solutions for monitoring clogging in drip irrigation.

### Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

### Data Availability

No data was used for the research described in the article.

### Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge the financial support of INRAE Montpellier and French Region Occitanie. We also wish to thank the people working in the optical and biochemical laboratories at INRAE Montpellier.

### References

- Abioye, E.A., Abidin, M.S.Z., Mahmud, M.S.A., Buyamin, S., AbdRahman, M.K.I., Otuoze, A.O., Ramli, M.S.A., Ijike, O.D., 2021. IoT-based monitoring and data-driven modelling of drip irrigation system for mustard leaf cultivation experiment. *Inf. Process. Agric.* 8, 270–283. <https://doi.org/10.1016/j.inpa.2020.05.004>.
- Adin, A., Sacks, M., 1991. Dripper-clogging factors in wastewater irrigation. *J. Irrig. Drain. Eng.* 117, 813–826. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0733-9437\(1991\)117:6\(813\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9437(1991)117:6(813)).
- Ait-Mouheeb, N., Schillings, J., Al-Muhammad, J., Bendoula, R., Tomas, S., Amielh, M., Anselmet, F., 2019. Impact of hydrodynamics on clay particle deposition and biofilm development in a labyrinth-channel dripper. *Irrig. Sci.* 37, 1–10. <https://doi.org/10.1007/s00271-018-0595-7>.
- Al-Muhammad, J., Tomas, S., Ait-Mouheeb, N., Amielh, M., Anselmet, F., 2019. Experimental and numerical characterization of the vortex zones along a labyrinth milli-channel used in drip irrigation. *Int. J. Heat Fluid Flow* 80, 108500. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatfluidflow.2019.108500>.
- Ayers, R.S., Westcot, D.W., 1989. *Water quality for agriculture*. FAO Drainage. FAO, Rome.
- Benlouali, H., Karmal, I., Cherif Harrouni, M., Ghanbaja, J., Frascari, D., Hamdani, M., Choukr-Allah, R., 2021. Characterization of clogging deposits in an irrigation pipeline and effect of post-aeration on clogging potential of tertiary-treated wastewater. *Water Sci. Technol.* 83, 309–321. <https://doi.org/10.2166/wst.2020.552>.
- Bodole, C., Koech, R., Pezzaniti, D., 2016. Laboratory evaluation of dripper performance. *Flow Meas. Instrum.* 50, 261–268. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2016.07.012>.
- Bounoua, S., Tomas, S., Labille, J., Molle, B., Granier, J., Haldenwang, P., Izzati, S.N., 2016. Understanding physical clogging in drip irrigation: in situ, in-lab and numerical approaches. *Irrig. Sci.* 34, 327–342. <https://doi.org/10.1007/s00271-016-0506-8>.
- Bucks, D.A., Nakayama, F.S., Gilbert, R.G., 1979. Trickle irrigation water quality and preventive maintenance. *Agric. Water Manag.* 2, 149–162. [https://doi.org/10.1016/0378-3774\(79\)90028-3](https://doi.org/10.1016/0378-3774(79)90028-3).
- Bunaciu, A.A., Udriștioiu, Eg, Aboul-Enein, H.Y., 2015. X-ray diffraction: instrumentation and applications. *Crit. Rev. Anal. Chem.* 45, 289–299. <https://doi.org/10.1080/10408347.2014.949616>.
- Camargo, A.P. de, Molle, B., Tomas, S., Frizzzone, J.A., 2014. Assessment of clogging effects on lateral hydraulics: proposing a monitoring and detection protocol. *Irrig. Sci.* 32, 181–191. <https://doi.org/10.1007/s00271-013-0423-z>.
- Camp, C.R., Lamm, F.R., Evans, R.G., Phene, C.J., 2000. Subsurface drip irrigation - Past, present, and future. (<https://www.ars.usda.gov/ARSUserFiles/60820000/Manuscripts/2000/Man575.pdf>) (accessed 01 august 2022).
- Chen, H., Kandasamy, S., Orszag, S., Shock, R., Succi, S., Yakhot, V., 2003. Extended Boltzmann kinetic equation for turbulent flows. *Science* 301, 633–636. <https://doi.org/10.1126/science.1085048>.
- Christiansen, J., 1942. Irrigation by Sprinkling. *Calif. Agric. Exp. Stn. B-670* Berkeley, CA, 94720, pp. 110–116.
- Dag, A., Cohen, Y., Alchanatis, V., Zipori, I., Sprinstin, M., Cohen, A., Maaravi, T., Naor, A., 2015. Automated detection of malfunctions in drip-irrigation systems using thermal remote sensing in vineyards and olive orchards. In: Stafford, J.V. (Ed.), *Precision agriculture '15*. Wageningen Academic Publishers, The Netherlands, pp. 519–526.
- Davis, S., Silva, M.R., 2021. A proof-of-concept study on utilizing a novel non-invasive sensor for detection of thin biofilm in simulated water pipes. *Sens. Imaging* 22 (1), 1–13. <https://doi.org/10.1007/s11220-021-00343-5>.
- Fischer, M., Wahl, M., Friedrichs, G., 2012. Design and field application of a UV-LED based optical fiber biofilm sensor. *Biosens. Bioelectron.* 33, 172–178. <https://doi.org/10.1016/j.bios.2011.12.048>.
- Flemming, H.-C., Neu, T.R., Wozniak, D.J., 2007. The EPS matrix: the "house of biofilm cells". *J. Bacteriol.* 189, 7945–7947. <https://doi.org/10.1128/JB.00858-07>.
- Hills, D.J., Nawar, F.M., Waller, P.M., 1989. Effects of chemical clogging on drip-tape irrigation uniformity. *Trans. ASAE* 32, 1202–1206. <https://doi.org/10.13031/2013.31135>.
- Horn, H., Reiff, H., Morgenroth, E., 2003. Simulation of growth and detachment in biofilm systems under defined hydrodynamic conditions. *Biotechnol. Bioeng.* 81, 607–617. <https://doi.org/10.1002/bit.10503>.
- Keller, J., Karmeli, D., 1974. Trickle irrigation design parameters. *Trans. ASAE* 17, 678–684. <https://doi.org/10.13031/2013.36936>.
- Klein, L.J., Hamann, H.F., Hinds, N., Guha, S., Sanchez, L., Sams, B., Dokoozlian, N., 2018. Closed loop controlled precision irrigation sensor network. *IEEE Internet Things J.* 5, 4580–4588. <https://doi.org/10.1109/JIOT.2018.2865527>.
- Koech, R., Molle, B., Pires de Camargo, A., Dimaiolo, P., Audouard, M., Saretta, E., António Frizzzone, J., Pezzaniti, D., Benhu, G., 2015. Intercomparison dripper testing within the INITL. *Flow Meas. Instrum.* 46, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2015.08.003>.
- Kolmetz, K., Sari, R., Li, L., 2007. Fluid Flow Measurement Selection and Sizing Kolmetz Handbook of Process Equipment Design. ([https://www.researchgate.net/publication/339926729\\_Fluid\\_Flow\\_Measurement\\_Selection\\_and\\_Sizing\\_Kolmetz\\_Handbook\\_of\\_Process\\_Equipment\\_Design](https://www.researchgate.net/publication/339926729_Fluid_Flow_Measurement_Selection_and_Sizing_Kolmetz_Handbook_of_Process_Equipment_Design)) (accessed 01 august 2022).
- Lamm, F.R., Ayars, J.E., Nakayama, F.S., 2006. *Microirrigation for Crop Production: Design, operation, and Management*, first ed. Elsevier, Amsterdam, Boston, cm.
- Lequette, K., Ait-Mouheeb, N., Adam, N., Muffat-Jeandet, M., Bru-Adan, V., Wéry, N., 2021. Effects of the chlorination and pressure flushing of drippers fed by reclaimed wastewater on biofouling. *Sci. Total Environ.* 758, 143598. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.143598>.
- Lequette, K., Ait-Mouheeb, N., Wéry, N., 2019. Drip irrigation biofouling with treated wastewater: bacterial selection revealed by high-throughput sequencing. *Biofouling* 35, 217–229. <https://doi.org/10.1080/08927014.2019.1591377>.
- Lequette, K., Ait-Mouheeb, N., Wéry, N., 2020. Hydrodynamic effect on biofouling of milli-labyrinth channel and bacterial communities in drip irrigation systems fed with reclaimed wastewater. *Sci. Total Environ.* 738, 139778. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.139778>.
- Li, Y., Pan, J., Chen, X., Xue, S., Feng, J., Muhammad, T., Zhou, B., 2019. Dynamic effects of chemical precipitates on drip irrigation system clogging using water with high sediment and salt loads. *Agric. Water Manag.* 213, 833–842. <https://doi.org/10.1016/j.agwat.2018.11.021>.
- Li, Y., Song, P., Pei, Y., Feng, J., 2015. Effects of lateral flushing on emitter clogging and biofilm components in drip irrigation systems with reclaimed water. *Irrig. Sci.* 33, 235–245. <https://doi.org/10.1007/s00271-015-0462-8>.
- Mendret, J., Guigui, C., Schmitz, P., Cabassud, C., Duru, P., 2007. An optical method for in situ characterization of fouling during filtration. *AIChE J.* 53, 2265–2274. <https://doi.org/10.1002/aic.11257>.
- Menon, P., 2021. Remote monitoring of drip irrigation with microcircuits and sensors. *IJHSR* 3, 53–56. <https://doi.org/10.36838/v3i4.11>.
- Mizrahi, G., Wong, K., Lu, X., Kujundzic, E., Greenberg, A.R., Gilron, J., 2012. Ultrasonic sensor control of flow reversal in RO desalination. Part 2: mitigation of calcium carbonate scaling. *J. Membr. Sci.* 419–420, 9–19. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2012.05.026>.
- Mollica, A., Cristiani, P., 2018. On-line biofilm monitoring by "BIOX" electrochemical probe. *Water Sci. Technol.* 47, 45–49. <https://doi.org/10.2166/wst.2003.0277>.
- Muhammad, T., Zhou, B., Liu, Z., Chen, X., Li, Y., 2021. Effects of phosphorus-fertilization on emitter clogging in drip irrigation system with saline water. *Agric. Water Manag.* 243, 106392. <https://doi.org/10.1016/j.agwat.2020.106392>.
- Nakayama, F.S., Bucks, D.A., 1981. Emitter clogging effects on trickle irrigation uniformity. *Trans. ASAE* 24, 77–80. <https://doi.org/10.13031/2013.34203>.
- Niu, W., Liu, L., Chen, X., 2013. Influence of fine particle size and concentration on the clogging of labyrinth emitters. *Irrig. Sci.* 31, 545–555. <https://doi.org/10.1007/s00271-012-0328-2>.
- Oliveira, F.C., Lavanholi, R., Camargo, A.P. de, Ait-Mouheeb, N., Frizzzone, J.A., Tomas, S., Molle, B., 2020. Clogging of drippers caused by suspensions of kaolinite and montmorillonite clays. *Irrig. Sci.* 38, 65–75. <https://doi.org/10.1007/s00271-019-00652-4>.
- Oliveira, F.C., Lavanholi, R., Camargo, A.P. de, Frizzzone, J.A., Ait-Mouheeb, N., Tomas, S., Molle, B., 2017. Influence of concentration and type of clay particles on dripper clogging. *J. Irrig. Drain. Syst. Eng.* 6, 184–189. <https://doi.org/10.4172/2168-9768.1000184>.
- Oliver, M.M.H., Hewa, G.A., Pezzaniti, D., 2014. Bio-fouling of subsurface type drip emitters applying reclaimed water under medium soil thermal variation. *Agric. Water Manag.* 133, 12–23. <https://doi.org/10.1016/j.agwat.2013.10.014>.
- Paredes, J., Becerro, S., Arana, S., 2014. Label-free interdigitated microelectrode based biosensors for bacterial biofilm growth monitoring using Petri dishes. *J. Microbiol. Methods* 100, 77–83. <https://doi.org/10.1016/j.mimet.2014.02.022>.
- Pavanello, G., Faimali, M., Pittore, M., Mollica, A., Mollica, A., Mollica, A., 2011. Exploiting a new electrochemical sensor for biofilm monitoring and water treatment optimization. *Water Res.* 45, 1651–1658. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2010.12.003>.

- Pereira, A., Mendes, J., Melo, L.F., 2008. Using nanovibrations to monitor biofouling. *Biotechnol. Bioeng.* 99, 1407–1415. <https://doi.org/10.1002/bit.21696>.
- Pereira, D.Jd.S., Lavanholi, R., de Araújo, A.C.S., de Camargo, A.P., Ait-Mouheb, N., Frizzone, J.A., Molle, B., 2020. Evaluating sensitivity to clogging by solid particles in irrigation emitters: assessment of a laboratory protocol. *J. Irrig. Drain. Eng.* 146, 4020033 [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)IR.1943-4774.0001509](https://doi.org/10.1061/(ASCE)IR.1943-4774.0001509).
- Petit, J., Ait-Mouheb, N., Mas García, S., Metz, M., Molle, B., Bendoula, R., 2021. Potential of visible/near infrared spectroscopy coupled with chemometric methods for discriminating and estimating the thickness of clogging in drip-irrigation. *Biosyst. Eng.* 209, 246–255. <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2021.07.013>.
- Philip-Chandy, R., Scully, P.J., Eldridge, P., Kadim, H.J., Grapin, G., Jonca, G., D'Ambrosio, G., Colin, F., 2000. An optical fiber sensor for biofilm measurement using intensity modulation and image analysis. *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.* 6, 764–772. <https://doi.org/10.1109/2944.892616>.
- Pitts, D.J., Haman, D.Z., Smajstrla, A.G., 1990. Causes and prevention of emitter plugging in microirrigation systems. *Bulletin 258. Florida Cooperative Extension Service. Institute of Food and Agriculture Science. University of Florida, Gainesville, FL.*
- Povoa, A.F., Hills, D.J., 1994. Sensitivity of microirrigation system pressure to emitter plugging and lateral line perforations. *Trans. ASAE* 37, 739–799. <https://doi.org/10.13031/2013.28142>.
- Puig-Bargués, J., Arbat, G., Barragán, J., Ramírez de Cartagena, F., 2005. Hydraulic performance of drip irrigation subunits using WWTP effluents. *Agric. Water Manag.* 77, 249–262. <https://doi.org/10.1016/j.agwat.2004.09.032>.
- Puig-Bargués, J., Lamm, F.R., Trooien, T.P., Clark, G.A., 2010. Effect of dripline flushing on subsurface drip irrigation systems. *Trans. ASABE* 53, 147–155. <https://doi.org/10.13031/2013.29513>.
- Qian, J., Horn, H., Tarchitzky, J., Chen, Y., Katz, S., Wagner, M., 2017. Water quality and daily temperature cycle affect biofilm formation in drip irrigation devices revealed by optical coherence tomography. *Biofouling* 33, 211–221. <https://doi.org/10.1080/08927014.2017.1285017>.
- Ramachandru, V.R., Kasa, R.R., 2020. Non-destructive characterization of physical and chemical clogging in cylindrical drip emitters. *Heliyon* 6, e05327. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e05327>.
- Ravina, I., Paz, E., Sofer, Z., Marcu, A., Shisha, A., Sagi, G., 1992. Control of emitter clogging in drip irrigation with reclaimed wastewater. *Irrig. Sci.* 13, 129–139. <https://doi.org/10.1007/BF00191055>.
- Ribeiro, M.D., Azevedo, C.A., de Santos, D.Bd, Szeikut, F.D., Klein, M.R., Reis, C.F., 2018. Optical Microscopy and SEM for identifying clogging material in a drip irrigation system. *Rev. Caatinga* 31, 997–1007. <https://doi.org/10.1590/1983-21252018v31n423rc>.
- Rizk, N., Ait-Mouheb, N., Bourrié, G., Molle, B., Roche, N., 2017. Parameters controlling chemical deposits in micro-irrigation with treated wastewater. *J. Water Supply Res. Technol. AQUA* 66, 587–597. <https://doi.org/10.2166/aqua.2017.065>.
- Rizk, N., Ait-Mouheb, N., Molle, B., Roche, N., 2019. Treated wastewater reuse in micro-irrigation: effect of shear stress on biofilm development kinetics and chemical precipitation. *Environ. Technol.* 1–11. <https://doi.org/10.1080/09593330.2019.1625956>.
- Romero, R., Muriel, J.L., García, I., La Muñoz de Peña, D., 2012. Research on automatic irrigation control: state of the art and recent results. *Agric. Water Manag.* 114, 59–66. <https://doi.org/10.1016/j.agwat.2012.06.026>.
- , 2016P. Singh S. Saikia Arduino-based smart irrigation using water flow sensor, soil moisture sensor, temperature sensor and ESP8266 WiFi module 2016 2016 IEEE Region 10 Humanitarian Technology Conference (R10-HTC) 1 4 doi: 10.1109/R10-HTC.2016.7906792.
- Song, P., Li, Y., Zhou, B., Zhou, C., Zhang, Z., Li, J., 2017. Controlling mechanism of chlorination on emitter bio-clogging for drip irrigation using reclaimed water. *Agric. Water Manag.* 184, 36–45. <https://doi.org/10.1016/j.agwat.2016.12.017>.
- Strathmann, M., Mittenzwey, K.-H., Sinn, G., Papadakis, W., Flemming, H.-C., 2013. Simultaneous monitoring of biofilm growth, microbial activity, and inorganic deposits on surfaces with an in situ, online, real-time, non-destructive, optical sensor. *Biofouling* 29, 573–583. <https://doi.org/10.1080/08927014.2013.791287>.
- Tarchitzky, J., Rimon, A., Kenig, E., Dosoretz, C.G., Chen, Y., 2013. Biological and chemical fouling in drip irrigation systems utilizing treated wastewater. *Irrig. Sci.* 31, 1277–1288. <https://doi.org/10.1007/s00271-013-0406-0>.
- Taylor, H.D., Bastos, R.K.X., Pearson, H.W., Mara, D.D., 1995. Drip irrigation with waste stabilisation pond effluents: solving the problem of emitter fouling. *Water Sci. Technol.* 31, 417–424. [https://doi.org/10.1016/0273-1223\(95\)00528-U](https://doi.org/10.1016/0273-1223(95)00528-U).
- Turolla, A., Di Mauro, M., Mezzera, L., Antonelli, M., Carminati, M., 2019. Development of a miniaturized and selective impedance sensor for real-time slime monitoring in pipes and tanks. *Sens. Actuators B: Chem.* 281, 288–295. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2018.10.107>.
- Wagner, M., Horn, H., 2017. Optical coherence tomography in biofilm research: a comprehensive review. *Biotechnol. Bioeng.* 114. <https://doi.org/10.1002/bit.26283>.
- Wang, R., Gao, P., Zhou, E., Li, Y., Zhao, G., 2021. Experimental detection of the volume of the drip irrigation soil wetted body using Ground Penetrating Radar. *J. Soil Water Conserv.* 76, 199–210. <https://doi.org/10.2489/jswc.2021.00155>.
- Yan, D., Bai, Z., Rowan, M., Gu, L., Shumei, R., Yang, P., 2009. Biofilm structure and its influence on clogging in drip irrigation emitters distributing reclaimed wastewater. *J. Environ. Sci.* 21, 834–841. [https://doi.org/10.1016/S1001-0742\(08\)62349-9](https://doi.org/10.1016/S1001-0742(08)62349-9).
- Yang, L., Bashir, R., 2008. Electrical/electrochemical impedance for rapid detection of foodborne pathogenic bacteria. *Biotechnol. Adv.* 26, 135–150. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2007.10.003>.
- Yao, C., Zhang, L., Wu, P., Liu, Y., Cai, Y., Zhou, W., 2021. Clogging formation and an anti-clogging method in subsurface irrigation system with porous ceramic emitter. *Agric. Water Manag.* 250, 106770 <https://doi.org/10.1016/j.agwat.2021.106770>.
- Yao, Y., Habimana, O., 2019. Biofilm research within irrigation water distribution systems: trends, knowledge gaps, and future perspectives. *Sci. Total Environ.* 673, 254–265. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.03.464>.
- Yu, L., Li, N., Yang, Q., Liu, X., 2018. Influence of flushing pressure before irrigation on the anti-clogging performance of labyrinth channel emitters. *Irrig. Drain.* 67, 191–198. <https://doi.org/10.1002/ird.2173>.
- Zhang, W., Niu, W., Li, G., Wang, J., Wang, Y., Dong, A., 2020. Lateral inner environment changes and effects on emitter clogging risk for different irrigation times. *Agric. Water Manag.* 233, 106069 <https://doi.org/10.1016/j.agwat.2020.106069>.
- Zhangzhong, L., Yang, P., Zhen, W., Zhang, X., Wang, C., 2019. A kinetic model for the chemical clogging of drip irrigation system using saline water. *Agric. Water Manag.* 223, 105696 <https://doi.org/10.1016/j.agwat.2019.105696>.
- Zhou, B., Hou, P., Xiao, Y., Song, P., Xie, E., Li, Y., 2021. Visualizing, quantifying, and controlling local hydrodynamic effects on biofilm accumulation in complex flow paths. *J. Hazard. Mater.* 416, 125937 <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2021.125937>.
- Zhou, B., Li, Y., Pei, Y., Liu, Y., Zhang, Z., Jiang, Y., 2013. Quantitative relationship between biofilms components and emitter clogging under reclaimed water drip irrigation. *Irrig. Sci.* 31, 1251–1263. <https://doi.org/10.1007/s00271-013-0402-4>.
- Zhou, H., Li, Y., Xiao, Y., Liu, Z., 2019. Different operation patterns on mineral components of emitters clogging substances in drip phosphorus fertigation system. *Irrig. Sci.* 37, 691–707. <https://doi.org/10.1007/s00271-019-00643-5>.
- Zimmerleiter, R., Leiss-Holzinger, E., Wagner, E.M., Kober-Rychli, K., Wagner, M., Brandstetter, M., 2020. Inline biofilm monitoring based on near-infrared spectroscopy with ultracompact spectrometer technology. *NIR N.* 31, 9–13. <https://doi.org/10.1177/0960336020978716>.

## **Bilan et discussion**

Cet article est le premier à présenter un bilan des méthodes utilisées pour l'étude du colmatage au goutte-à-goutte, que ce soit en plein champ ou au laboratoire. Les méthodes d'intérêt pouvant être adaptées au format capteur peuvent faire l'objet d'études pour leur application au contexte du colmatage en irrigation au goutte-à-goutte.

Il en résulte qu'actuellement aucune méthode ne permet de détecter le colmatage en irrigation au goutte-à-goutte directement en plein champ. Les méthodes appliquées au laboratoire nécessitent le plus souvent l'extraction du matériau colmatant et/ou du goutteur, engendrant sa destruction. Certaines méthodes de laboratoire permettent des mesures in situ dans certains cas (microscopie, OCT) mais elles nécessitent un équipement actuellement trop complexe pour être appliqué en plein champ. Enfin, les méthodes utilisées en pratique pour une mesure en plein champ se basent principalement sur des mesures de débit et n'offrent pas une mesure directe du colmatage.

Des méthodes présentent un potentiel pour la détection de particules de sols, de précipités et/ou de biofilms à des échelles réduites. Ces potentiels capteurs fonctionnent en se basant sur des principes électriques, mécaniques, acoustiques ou optiques. Parmi les méthodes présentées, la spectroscopie d'absorption est la plus intéressante dans la mesure où elle a été appliquée à l'intégralité des matériaux colmatants et peut être adaptée à des échelles fines et des environnements relativement difficiles via l'utilisation de fibres optiques. Les résultats de cette étude bibliographique ont alimenté la problématique et les objectifs de cette thèse.

## I.6 Problématique et objectifs de la thèse

L'irrigation au goutte-à-goutte est une technique d'irrigation pouvant offrir des économies en eau non négligeables, en plus d'être adaptée à l'utilisation d'eaux non conventionnelles et à la ferti-irrigation. Le frein majeur à l'application de cette technique est principalement son coût, qui peut être décuplé si les équipements doivent être changés suite à des phénomènes de colmatage. Le colmatage en irrigation au goutte-à-goutte peut être de nature physique, chimique ou biologique. . . et parfois de plusieurs types en même temps. Il a lieu au sein de goutteurs ayant une section de passage de l'eau de l'ordre de  $1 \text{ mm}^2$  qui ont des géométries en labyrinthe pour favoriser la perte de charge. Ces deux aspects induisent des mécanismes de colmatage complexes, qui peuvent être influencés par de nombreux paramètres et qui sont, encore aujourd'hui, pas parfaitement cernés dans la littérature. D'autre part, la pluralité des types de colmatage et les dimensions des goutteurs font qu'actuellement aucune méthode n'est adaptée pour une mesure directe du colmatage en plein champ.

L'objectif de ces travaux de thèse est d'apporter des éléments et des outils pour une meilleure compréhension des mécanismes de colmatage et en permettre le suivi in situ. La première originalité de ce travail de thèse repose sur l'exploration de méthodes optiques :

- La Tomographie en Cohérence Optique (OCT), déjà largement utilisée pour l'étude des biofilms mais ici utilisée pour la première fois pour l'étude de colmatage par particules (physiques et chimiques).
- La spectroscopie d'absorption, en particulier dans les domaines du visible et du proche infrarouge qui n'a encore jamais été utilisée dans ce contexte.

L'utilisation de ces méthodes vise d'une part à caractériser les mécanismes de colmatage par imagerie dans des cellules d'écoulement (OCT) et à développer une nouvelle technique de mesure potentiellement applicable in fine pour le suivi du colmatage en plein champ (spectroscopie d'absorption).

Les résultats d'OCT obtenus sont confrontés à des modèles numériques d'écoulement pour évaluer l'influence des paramètres hydrodynamiques sur les mécanismes de colmatage. Les spectres d'absorption acquis sont utilisés pour concevoir des modèles chimiométriques, adaptés aux don-

nées multivariées, permettant la qualification du type de colmatage et l'évaluation de sa cinétique de formation.

La seconde originalité de ce travail de thèse réside dans l'étude des trois types de colmatage : physique, chimique et biologique. En effet, la plupart des travaux font le choix de se concentrer sur un type de colmatage en particulier. Ici, dans un souci de compréhension des mécanismes de colmatage au sens large et de développement d'une méthode de suivi adaptée à tous types de colmatage, les trois types ont été étudiés.

Ainsi, deux expérimentations majeures ont été mises en œuvre :

- Une étude de faisabilité de l'utilisation de la spectroscopie d'absorption pour le suivi du colmatage a été conduite. Dans un contexte de mesure simplifié, différentes épaisseurs de matériaux associés aux colmatages physique et chimique ont été observées par OCT et spectroscopie d'absorption pour évaluer le potentiel de l'approche pour la qualification et la quantification du colmatage.
- Une étude de suivi du colmatage in situ a été conduite en utilisant une cellule millifluidique représentant un canal de goutteur. Trois campagnes ont été conduites pour suivre les trois types de colmatage. Le suivi de l'évolution du colmatage par OCT constitue une mesure de référence qui a été confrontée aux simulations numériques tandis que les mesures de spectroscopie d'absorption ont alimenté des modèles chimiométriques visant à qualifier les types de colmatage et à en suivre la cinétique de formation.

Les résultats obtenus sont présentés dans ce manuscrit en 3 chapitres. Le premier se focalise sur l'étude de l'influence des paramètres hydrodynamiques sur le colmatage par comparaison de mesures OCT et de simulations CFD. Le second présente les résultats de l'étude de faisabilité d'application de la spectroscopie d'absorption au contexte du colmatage en irrigation au goutte-à-goutte. Et le dernier relate les résultats de qualification et de suivi de cinétique de colmatage avec une méthode in situ dans un contexte proche de la réalité, en vue du développement de cette méthode pour atteindre un format capteur.

## **Chapitre II**

# **Étude de l'influence de l'hydrodynamique d'un milli-canal labyrinthique sur la formation de colmatage**

## II.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est dans un premier temps de modéliser numériquement l'écoulement au sein d'un canal de goutteur par CFD afin d'étudier l'évolution de paramètres hydrodynamiques. Un modèle d'écoulement a été testé : le modèle  $k-\epsilon$ , qui est un modèle très courant et classique pour l'études des écoulements (Wei et al., 2006). Les résultats issus de cette modélisation ont été mis en regard du colmatage pour déterminer l'influence de différents paramètres hydrodynamiques (vitesse, énergie cinétique de turbulence, cisaillement...). L'identification de ces paramètres pourrait permettre de mieux appréhender le colmatage et d'aider à la localisation des mesures d'une part et aider à l'amélioration des géométries des goutteurs d'autre part. Ensuite, des essais de colmatage en millifluidique permettent, via des mesures OCT, d'évaluer la localisation et les mécanismes de formation du colmatage. Pour cela, trois campagnes expérimentales ont été conduites afin d'avoir des observations pour chaque type de colmatage. Trois matériaux colmatants ont été testés : la kaolinite, le carbonate de calcium et le biofilm. Enfin, les paramètres hydrodynamiques modélisés ont été comparés aux observations de colmatage pour déterminer quels paramètres ont le plus d'influence.

## II.2 Matériel et méthodes

### II.2.1 Matériaux colmatants et solution d'alimentation

Dans cette étude, les trois types principaux de colmatage (physique, chimique et biologique) ont été abordés. Le colmatage physique a été représenté par la kaolinite. La kaolinite a été retenue car elle n'est pas retenue par les filtres utilisés en irrigation qui filtrent à maximum 80  $\mu\text{m}$ . C'est une argile non gonflante en présence d'eau qui a un potentiel d'agrégation en présence de sel (Luckham and Rossi, 1999). Plusieurs travaux ont montré la formation de colmatage par kaolinite (Ait-Mouheb et al., 2019; Oliveira et al., 2020). De plus, les phénomènes d'agrégation sont particulièrement intéressants à suivre car ils peuvent être à l'origine de particules plus grandes que des particules d'argiles seules. D'après les travaux de Bounoua et al. (2016), les particules d'argiles peuvent former des agrégats ayant un diamètre supérieur à 40  $\mu\text{m}$  tandis que les particules ont des diamètres de l'ordre de 1  $\mu\text{m}$ . La kaolinite (Honeywell Fluka, Charlotte, NC, USA) a été mise en

solution en présence de NaCl pour favoriser les phénomènes d'agrégation comme dans les travaux de [Ait-Mouheb et al. \(2019\)](#) et de [Oliveira et al. \(2020\)](#). Afin de maximiser le colmatage, la solution avait une concentration massique en kaolinite de 2 g/L supérieure à celle de la littérature et une concentration en sel de  $10^{-2}$  mol/L comme dans les travaux cités plus haut.

Pour le colmatage chimique, le matériau choisi est le carbonate de calcium qui est le matériau le plus couramment étudié pour ce type d'encrassement ([Hills et al., 1989](#); [Rizk, 2017](#)). En pratique, le colmatage chimique résulte de la précipitation des ions en solution et se fait au sein même des goutteurs. Il est possible de contrôler la formation de colmatage chimique en laboratoire ([Muniz et al., 2022](#)) mais dans ce travail de thèse, le choix s'est porté sur l'ajout de carbonate de calcium sous forme déjà précipitée. Les mécanismes ainsi observés ne traduisent donc pas nécessairement le colmatage chimique. Mais pour tester le potentiel de suivi de ce type de matériaux par spectroscopie d'absorption, cette méthode est suffisante. La solution d'alimentation contenait donc du carbonate de calcium sous forme solide (Fisher Scientific, Loughborough, Leics, UK) à une concentration de 2 g/L pour être comparable au colmatage par kaolinite.

Le colmatage biologique est traduit par le développement de biofilm. Pour faire se développer un biofilm au sein du canal, la solution d'alimentation contenait les éléments présents dans le [Tableau II.1](#). Cette solution est comparable à celle utilisées par [Gamri \(2014\)](#) et [Ait-Mouheb et al. \(2019\)](#) mais sans extrait de viande. Ces éléments ont été mis en solution dans un mélange d'eaux usées traitées provenant de la station de traitement de Murviel-lès-Montpellier (34) (40 mL) et d'eau distillée (760 mL). Les eaux usées traitées permettent l'apport en bactéries. La solution contient des sources de carbone, d'azote et de phosphore afin de permettre la croissance des bactéries et la formation de biofilm. Cette solution a été volontairement enrichie en éléments nutritifs pour accélérer la formation de biofilm et en maximiser la quantité.



Élément	Provenance	Concentration
Saccharose (C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>11</sub> )	Fisher Scientific, Loughborough, Leics, UK	200 mg.L <sup>-1</sup>
NH <sub>4</sub> Cl	VWR, Part of Avantor, Radnor, PA, USA	16 mg.L <sup>-1</sup>
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Sigma-Aldrich, Saint-Louis, MO, USA	2 mg.L <sup>-1</sup>

**TABLE II.1** – Composition de la solution d'alimentation pour le développement de biofilm. Ces éléments ont été mis en solution dans un mélange eaux usées traitées/eau distillée.

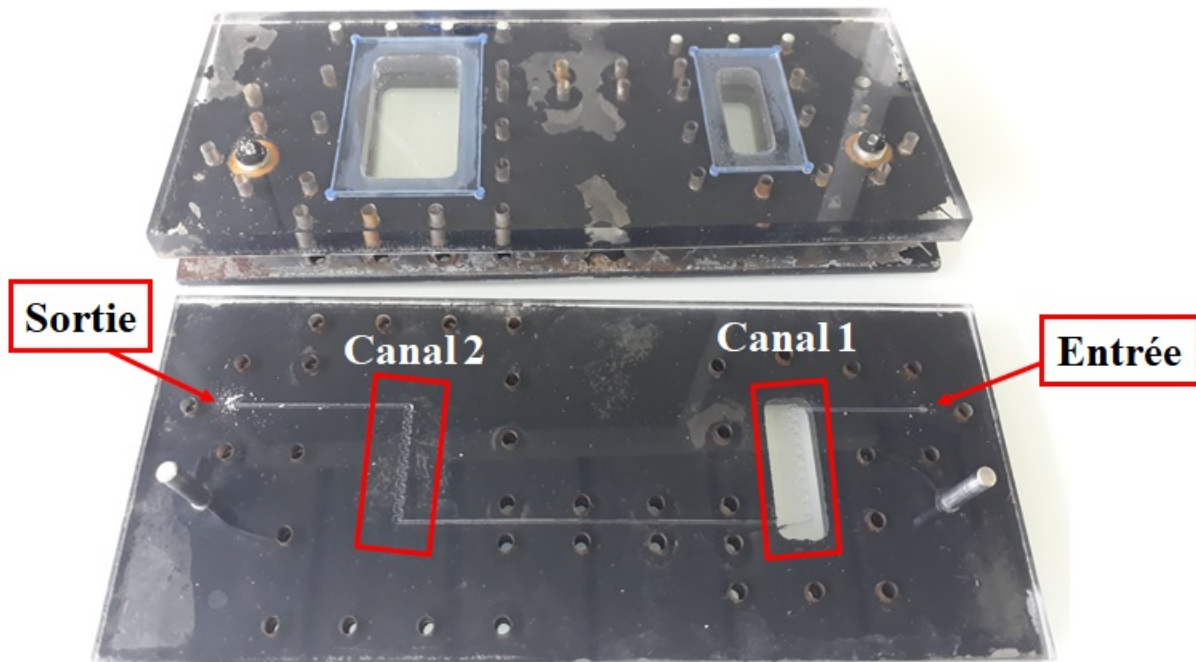
Ces trois solutions ont permis de réaliser trois campagnes de développement de colmatage distinctes. Elles ont alimenté une cellule millifluidique représentant des canaux de goutteurs.

## II.2.2 Cellule millifluidique

La cellule millifluidique a pour objectif d'avoir des conditions d'écoulement proches d'un cas réel tout en permettant un accès optique. La partie centrale de la cellule est une plaque en polyméthacrylate de méthyle (PMMA). Cette plaque a été fraisée pour réaliser le canal d'écoulement. Le canal est composé de deux labyrinthes, reliés par une section rectiligne (Figure II.1). Les deux labyrinthes sont deux zones d'observation du colmatage. Dans la suite de ce manuscrit, ces deux zones d'études sont nommées « Canal 1 » et « Canal 2 » (Figure II.1 et II.2). Ce type de labyrinthe représente les goutteurs plats intégrés de type 1 L/h. Les dimensions des différents paramètres géométriques des canaux sont présentées dans le Tableau II.2.

Largeur du canal	Angle de dentition	Profondeur Canal 1	Profondeur Canal 2
1 mm	31 °	600 μm	450 μm

**TABLE II.2** – Dimensions du canal de la cellule millifluidique.



**FIGURE II.1** – Cellule millifluidique utilisée pour l'observation du colmatage, ouverte.

Les deux canaux sont composés de 20 chicanes chacun. Les deux canaux ont des profondeurs différentes (Tableau II.2). Cela permet d'observer deux conditions d'écoulement avec un nombre de Reynolds différent pour chaque canal. Les chicanes des deux canaux sont identifiées comme présenté sur la Figure II.2 dans les résultats.

La plaque usinée est serrée entre une plaque d'acier en dessous et une plaque de PMMA et une plaque d'acier au-dessus. La plaque d'acier inférieure est usinée pour permettre un accès optique sur le canal 1 de part et d'autre, initialement prévu pour des mesures en transmission. La plaque en PMMA supérieure est usinée au niveau des deux canaux. Des plaques de verre ont été placées dans les espaces pour conserver l'étanchéité tout en permettant un accès optique. Ces plaques de verre ont été installées car elles n'influencent pas les mesures spectrales utilisées dans le Chapitre IV, contrairement au PMMA. Les quatre plaques ont ensuite été serrées et vissées pour permettre l'étanchéité. Cette cellule est notamment la même que celle utilisée par [Ait-Mouheb et al. \(2019\)](#).

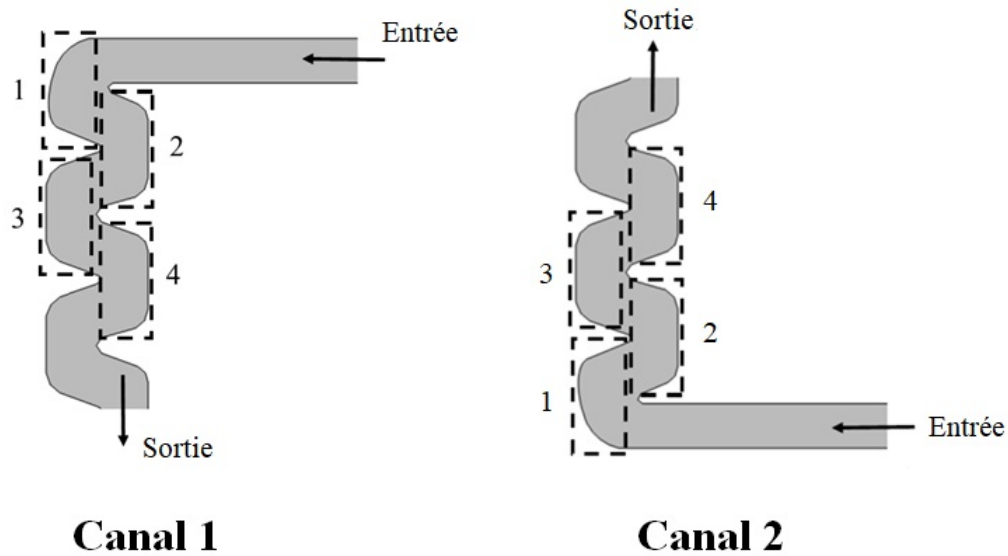


FIGURE II.2 – Identification des chicanes suivies sur les deux canaux étudiés.

### II.2.3 Protocole expérimental

La cellule a été raccordée à une pompe péristaltique (Masterflex L/S) qui permet l'alimentation en eau. Cette pompe fonctionne à un débit fixe. Le débit choisi ici était de 0,8 L/h pour être comparable au fonctionnement d'un goutteur de type 1 L/h d'une part et avoir un nombre de Reynolds de 300 dans le canal 1 d'autre part. Le nombre de Reynolds a été calculé suivant l'équation II.1

$$Re = \frac{\rho \cdot u_0 \cdot D_h}{\mu} \quad (\text{II.1})$$

Avec :

- Re le nombre de Reynolds
- $\rho$  la masse volumique de l'eau en  $\text{kg/m}^3$
- $u_0$  la vitesse d'écoulement en entrée du canal en  $\text{m/s}$
- $D_h$  le diamètre hydraulique du canal en  $\text{m}$
- $\mu$  la viscosité dynamique de l'eau en  $\text{kg}/(\text{m}\cdot\text{s})$

Ce calcul a été effectué à l'entrée de chacun des canaux. Dans le canal 2, le nombre de Reynolds est de 400 car la vitesse d'écoulement y est plus élevée en raison d'une hauteur de canal plus faible.

Pour chaque solution d'alimentation, le système a été alimenté durant 30 jours pour observer le colmatage. Les solutions d'alimentation ont été renouvelées quotidiennement. L'alimentation en eau se faisait durant 8h par jour. Cela permettait d'avoir la formation d'un dépôt en l'absence de débit et d'accélérer la formation du colmatage. Les différentes mesures (OCT, spectroscopie d'absorption) ont été acquises quotidiennement durant ces trois campagnes.

#### II.2.4 Tomographie en cohérence optique (OCT)

L'OCT est une méthode très utilisée pour l'étude des biofilms ([Lequette et al., 2020](#); [Qian et al., 2017](#); [Wagner and Horn, 2017](#)). Cette méthode présente l'avantage de ne pas nécessiter d'altération de l'échantillon pour la mesure. En effet, la microscopie électronique à balayage (SEM) permet d'avoir une visualisation plus fine de l'échantillon mais nécessite au minima un séchage de ce dernier ([Tarchitzky et al., 2013](#)). La microscopie confocale laser (CLSM) est aussi très utilisée pour l'étude des biofilms mais nécessite d'utiliser un agent marqueur ([Wagner and Horn, 2017](#)). L'OCT est donc une méthode très intéressante pour le suivi du colmatage in situ car elle ne nécessite pas l'extraction de l'échantillon ou l'utilisation d'un marqueur d'une part et permet une mesure en présence d'eau d'autre part.

L'OCT repose sur une mesure d'interférométrie. Un signal lumineux à une longueur d'onde de 930 nm est envoyé sur un échantillon. La lumière réfléchi par l'échantillon va ainsi subir un déphasage. La combinaison entre l'onde réfléchi par l'échantillon et l'onde initiale va permettre de créer des interférences liées à la différence de phase. Par observation de ces interférences, il est possible de déterminer la structure de l'échantillon. Comme l'OCT utilise une onde lumineuse avec une longueur de 930 nm, elle permet de traverser l'eau. Dans le cadre de l'étude des biofilms, cela permet d'estimer divers paramètres comme la quantité de biofilm, sa porosité ou estimer la présence d'éléments externes au sein du biofilm ([Lequette et al., 2020, 2021](#); [Qian et al., 2017](#); [Wagner and Horn, 2017](#)). En revanche, cette méthode n'a jamais été utilisée pour l'étude de matériaux inorganiques. En effet, les phénomènes de diffusion de la lumière empêchent la mesure au travers de particules solides, rendant une partie de l'information inaccessible. L'OCT permet en tout cas d'avoir une visualisation spatiale de l'échantillon par l'acquisition de nombreuses images qui sont combinées pour former une visualisation en trois dimensions. Cela permet donc l'observation vi-

suelle d'un échantillon dans l'espace et peut permettre d'en déterminer l'épaisseur notamment avec une précision de l'ordre du  $\mu\text{m}$ .

Dans cette étude, des images OCT ont été acquises quotidiennement pour suivre l'évolution du colmatage. Les images couvrent une zone de 4 mm par 7 mm qui englobe les quatre premières chicanes des canaux étudiés. Ces images ont ensuite été traitées via le logiciel MATLAB. Cette étape de traitement vise notamment à éliminer le bruit et à enlever les parties associées au fond à la surface du canal pour estimer les épaisseurs de colmatage (voir Chapitre IV pour plus de détails). Dans le cas du colmatage par biofilm, les mesures OCT ont permis d'avoir une mesure de l'intégralité de l'échantillon sur la hauteur du canal. Ainsi deux paramètres ont été retenus : l'épaisseur cumulée de biofilm qui est la somme de tous les pixels associés au biofilm sur la hauteur du canal et l'épaisseur maximale qui retient uniquement la hauteur la plus élevée atteinte par un biofilm. Cette méthode de mesure permet de suivre l'évolution des trois types de colmatage. Elle sert de référence pour l'évaluation des modèles d'écoulement et le test de la spectroscopie d'absorption pour l'étude du colmatage.

### II.2.5 Modélisation numérique de l'écoulement

Pour estimer l'influence de l'écoulement et des paramètres hydrodynamiques sur le colmatage, une modélisation par CFD a été employée. Parmi l'ensemble des modèles d'écoulement existant, le modèle  $k-\epsilon$  a été retenu pour cette étude. Le modèle  $k-\epsilon$  a été choisi car il est un des modèles les plus couramment employés pour la modélisation de la turbulence à faible nombre de Reynolds (Wei et al., 2006). Les simulations numériques ont été réalisées sur le logiciel COMSOL Multiphysics 6.0 avec le module Computational Fluid Dynamics (CFD).

#### Modèle $k-\epsilon$

Le modèle  $k-\epsilon$  disponible dans le module CFD de COMSOL 6.0 est une version adaptée des travaux suivants : Durbin (1996), Grotjeans and Menter (1998), Kuzmin et al. (2007), Pope (2000) et Wilcox (1998).

Il s'agit d'un modèle qui se base sur l'équation de Navier-Stokes. Il est calculé selon les équations RANS (Reynolds-Averaged Navier-Stokes). Il s'agit d'un modèle à deux équations permettant

de calculer l'énergie cinétique de turbulence  $k$  et la dissipation de l'énergie cinétique de turbulence  $\epsilon$ . L'équation de transport de  $k$  est la suivante :

$$\rho \frac{\partial k}{\partial t} + \rho u \cdot \nabla k = \nabla \cdot \left( \left( \mu + \frac{\mu_T}{\sigma_k} \right) \nabla k \right) + P_k - \rho \epsilon \quad (\text{II.2})$$

Avec  $\mu_T$  la viscosité turbulente définie par :

$$\mu_T = \rho C_\mu \frac{k^2}{\epsilon} \quad (\text{II.3})$$

Et  $P_k$  le terme de production :

$$P_k = \mu_T (\nabla u : (\nabla u + (\nabla u)^T)) - \frac{2}{3} (\nabla \cdot u)^2 - \frac{2}{3} \rho k \nabla \cdot u \quad (\text{II.4})$$

L'équation de transport pour  $\epsilon$  est :

$$\rho \frac{\partial \epsilon}{\partial t} + \rho u \cdot \nabla \epsilon = \nabla \cdot \left( \left( \mu + \frac{\mu_T}{\sigma_\epsilon} \right) \nabla \epsilon \right) + C_{\epsilon 1} \frac{\epsilon}{k} P_k - C_{\epsilon 2} \rho \frac{\epsilon^2}{k} \quad (\text{II.5})$$

Avec :

- $k$  l'énergie cinétique de turbulence en  $\text{m}^2/\text{s}^2$
- $\epsilon$  la dissipation d'énergie cinétique de turbulence en  $\text{m}^2/\text{s}^3$
- $u$  la vitesse de l'écoulement en  $\text{m/s}$
- $\mu$  la viscosité dynamique de l'eau en  $\text{kg}/(\text{m.s})$
- $\rho$  la masse volumique de l'eau en  $\text{kg}/\text{m}^3$

Et avec  $C_\mu = 0,09$ ,  $C_{\epsilon 1} = 1,44$ ,  $C_{\epsilon 2} = 1,92$ ,  $\sigma_k = 1,0$  et  $\sigma_\epsilon = 1,3$  des constantes du modèle, sans unités.

Dans le logiciel COMSOL 6.0, plusieurs conditions initiales et limites ont été imposées en entrée et en sortie du canal.

Conditions d'entrée :

- Vitesse initiale d'entrée  $u_0 = 0,3 \text{ m/s}$ , calculée à partir du débit imposé par la pompe et la section d'entrée du canal.

- Énergie cinétique turbulente initiale en entrée  $k_0$  (en  $\text{m}^2/\text{s}^2$ ) calculée suivant :

$$k_0 = \frac{3}{2}(u_0 I_T)^2 \quad (\text{II.6})$$

- Intensité de turbulence  $I_T$  (sans unités) calculée suivant :

$$I_T = 0,16Re^{-1/8} \quad (\text{II.7})$$

- Dissipation de l'énergie cinétique de turbulence initiale en entrée  $\epsilon_0$  (en  $\text{m}^2/\text{s}^3$ ) calculée suivant :

$$\epsilon_0 = \frac{C_\mu^{0.75}}{L_T} \left( \frac{3(I_T u_0)^2}{2} \right)^{3/2} \quad (\text{II.8})$$

- Échelle de longueur de la turbulence  $L_T = 7 \cdot 10^{-5}$  m, calculée à partir de  $I_T$  et de la largeur du canal en entrée.

Conditions de sortie :

- Pression en sortie égale à la pression atmosphérique

En proche paroi, une condition limite de non glissement a été paramétrée. Les détails sur le maillage retenu pour ce modèle sont disponibles plus loin dans ce chapitre.

## II.3 Modélisation de l'écoulement le long de milli-canaux

Pour étudier l'hydrodynamique au sein du canal, des simulations numériques ont été réalisées. La première étape pour l'utilisation du modèle k- $\epsilon$  a été de déterminer un maillage.

### II.3.1 Indépendance de maillage

Le maillage de simulation représente le nombre de sous-entités en trois dimensions qui constitue la géométrie globale étudiée. Augmenter le nombre de mailles permet d'avoir une simulation plus fine mais nécessite un temps de calcul plus élevé. Il est donc nécessaire de déterminer le maillage optimal, permettant d'avoir des résultats précis tout en évitant de demander trop de ressources de calcul.

Pour déterminer le maillage optimal, des simulations ont été effectuées avec les différents nombres et tailles de maille. Le calcul de l'asymétrie des mailles est un critère d'acceptabilité d'un maillage. Dans le logiciel COMSOL 6.0, l'asymétrie est calculée selon l'équation II.9.

$$\text{Asymétrie} = 1 - \max\left(\frac{\theta - \theta_e}{180 - \theta_e}, \frac{\theta_e - \theta}{\theta_e}\right) \quad (\text{II.9})$$

Avec :

- $\theta$  L'angle d'un sommet du maillage en  $^\circ$ .
- $\theta_e$  L'angle du sommet correspondant dans un élément idéal en  $^\circ$ .

Avec ce calcul, plus l'asymétrie est proche de 1, meilleur est le maillage. Une asymétrie moyenne minimum de 0,25 est acceptable. Des profils de vitesse à différents endroits de la géométrie ont été comparés pour chaque maillage. Lorsque la différence entre les profils de vitesse est suffisamment faible, le maillage le plus grossier permettant d'avoir ce profil est retenu.

Pour le modèle k- $\epsilon$ , cinq maillages ont été testés et sont présentés dans le Tableau II.3. Pour tester l'indépendance de maillage, 7 profils de vitesse ont été tracés sur la géométrie comprenant les deux canaux. Les profils présentés ici sont situés à l'entrée de chacun des canaux, là où le colmatage est principalement attendu et où les conditions hydrodynamiques ne sont pas encore stabilisées. Les autres profils sont disponibles dans l'Annexe A. Les profils tracés sur la seconde chicane des canaux 1 et 2 sont présentés dans la Figure II.3. Les profils obtenus avec les maillages



« plus fin » et « extra fin » sont confondus, le maillage « plus fin » a donc été retenu pour les simulations avec le modèle  $k-\epsilon$ .

Finesse du maillage	Asymétrie moyenne	Nombre d'éléments	Temps de calcul
Grossier	0.63	118 276	2 min 17 s
Normal	0.65	230 172	4 min 10 s
Fin	0.66	479 912	6 min 20 s
Plus fin	0.66	1 445 614	19 min 28 s
Extra fin	0.66	3 305 216	1 h 21 min 6 s

TABLE II.3 – Caractéristiques des maillages testés pour le modèles  $k-\epsilon$

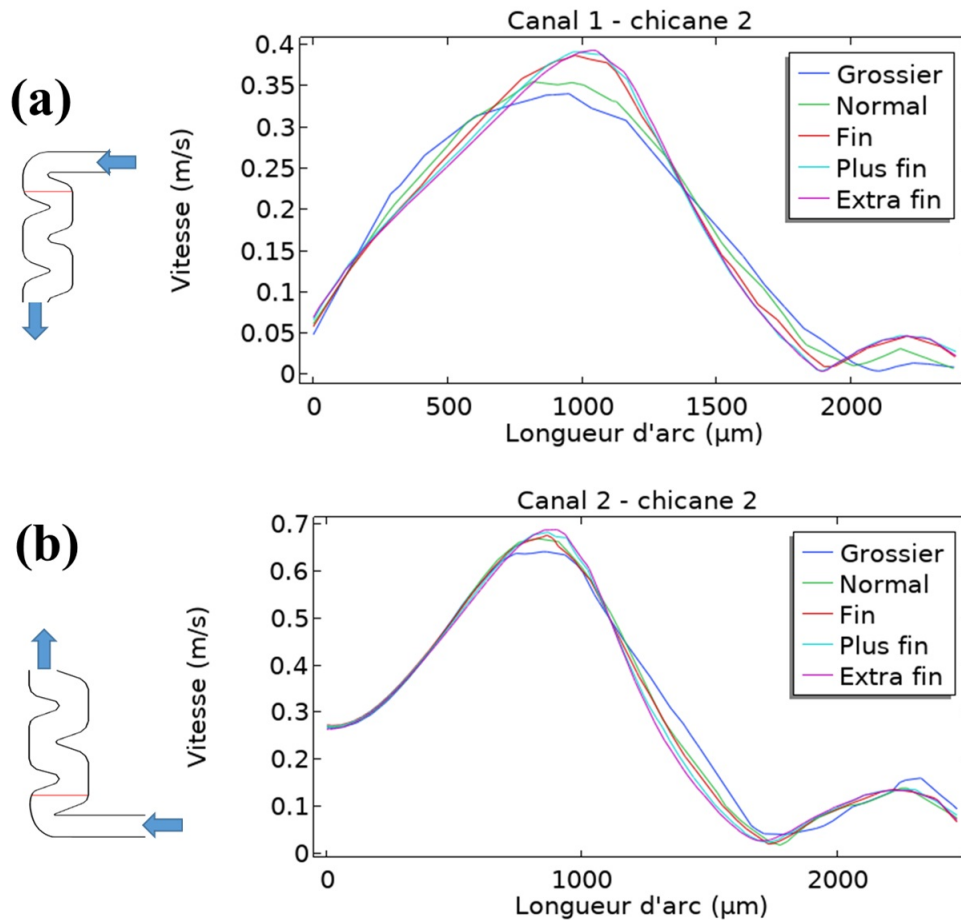


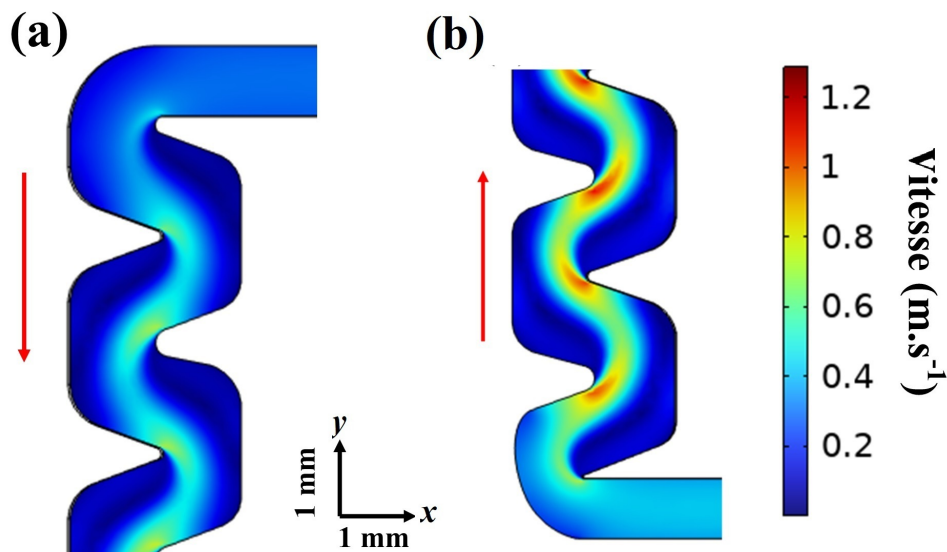
FIGURE II.3 – Profils de vitesse au niveau de la seconde chicane pour (a) le canal 1 et (b) le canal 2 pour différents maillages avec le modèle  $k-\epsilon$ .

### II.3.2 Description de l'écoulement

Dans cette partie, la modélisation numérique de l'écoulement est analysée. Pour cela, trois paramètres ont été retenus : la vitesse ( $u$ ), l'énergie cinétique de turbulence ( $k$ ) et la dissipation turbulente ( $\epsilon$ ).

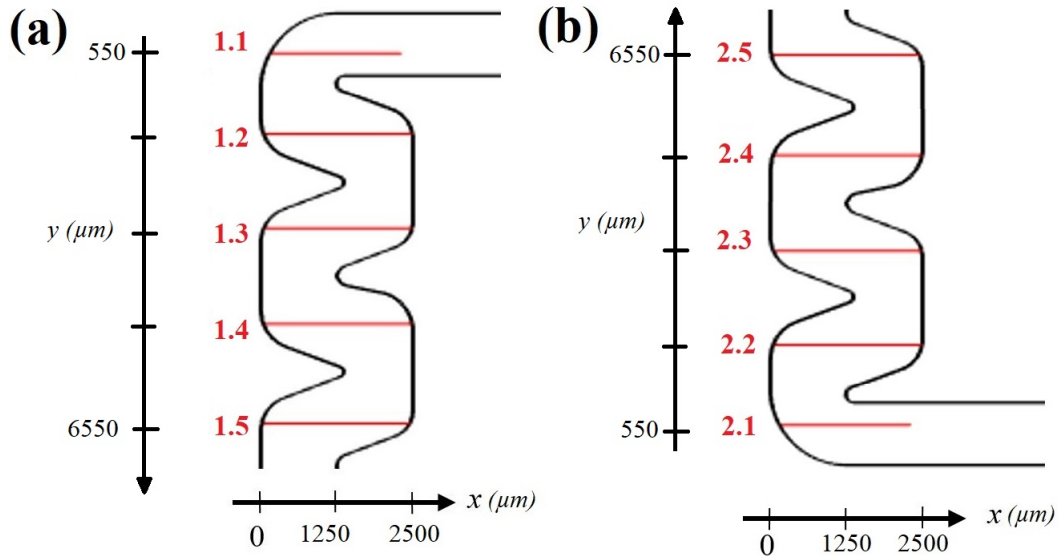
- Vitesse d'écoulement

La vitesse d'écoulement au sein des canaux, calculée avec le modèle  $k-\epsilon$  est présentée sur la Figure II.4.



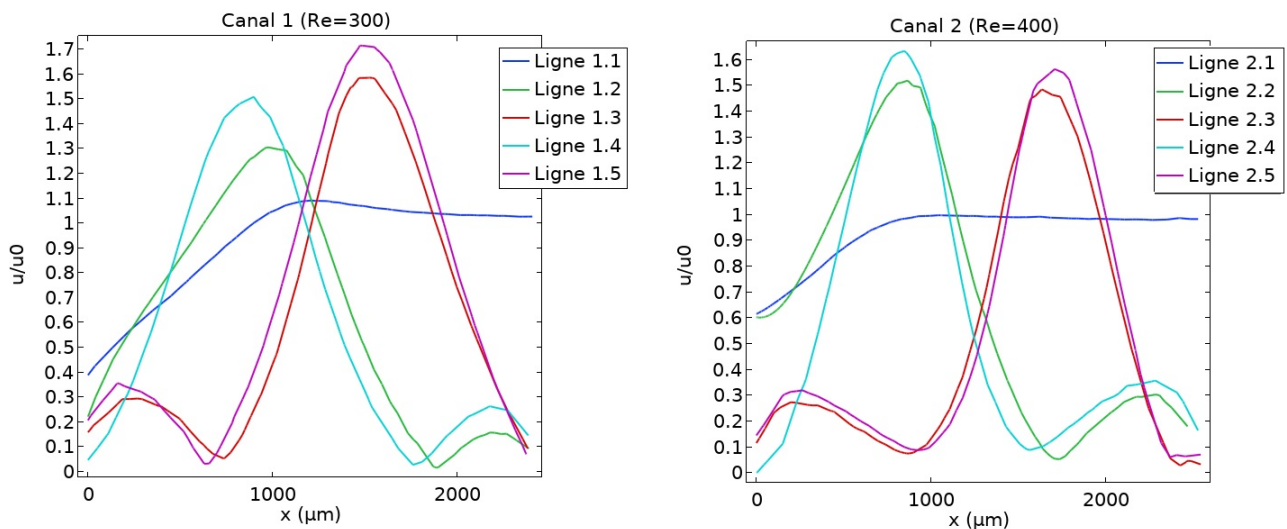
**FIGURE II.4** – Vitesse d'écoulement dans (a) le canal 1 ( $Re=300$ ) et (b) le canal 2 ( $Re=400$ ) à  $z=250 \mu\text{m}$  avec le modèle  $k-\epsilon$ . Les flèches rouges indiquent le sens de l'écoulement.

D'après les champs de vitesse, on constate la présence de deux zones de vitesse sur les deux canaux. La zone au centre du canal présente des vitesses plus élevées tandis que les zones dans les chicanes ont des vitesses plus faibles. De plus, la vitesse est globalement plus élevée dans le canal 2 ( $Re=400$ ) car les dimensions sont plus petites et le débit est identique. Pour quantifier cette différence de vitesse, des profils de vitesse ont été tracés dans les quatre premières chicanes. Leurs positions sont explicitées dans la Figure II.5. Le zéro en  $x$  et en  $y$  a été placé sur le point à l'extrémité du canal au bord de la première chicane. Les cinq lignes ont été placées respectivement à  $y=550 \mu\text{m}$  (lignes 1.1 et 2.1),  $y=1850 \mu\text{m}$  (lignes 1.2 et 2.2),  $y=3350 \mu\text{m}$  (lignes 1.3 et 2.3),  $y=4950 \mu\text{m}$  (lignes 1.4 et 2.4) et  $y=6550 \mu\text{m}$  (lignes 1.5 et 2.5).



**FIGURE II.5** – Placement des profils d'études des paramètres hydrodynamiques sur (a) le canal 1 et (b) le canal 2.

Ces profils ont été choisis pour couvrir les zones à faible vitesse d'écoulement des quatre premières chicanes étudiées. L'amplitude de vitesse a été tracée sur l'ensemble de ces profils et est présentée dans la Figure II.6. Les vitesses ont été normées par les vitesses d'entrée dans les deux canaux (0,3 m/s et 0,45 m/s respectivement) pour être comparables.

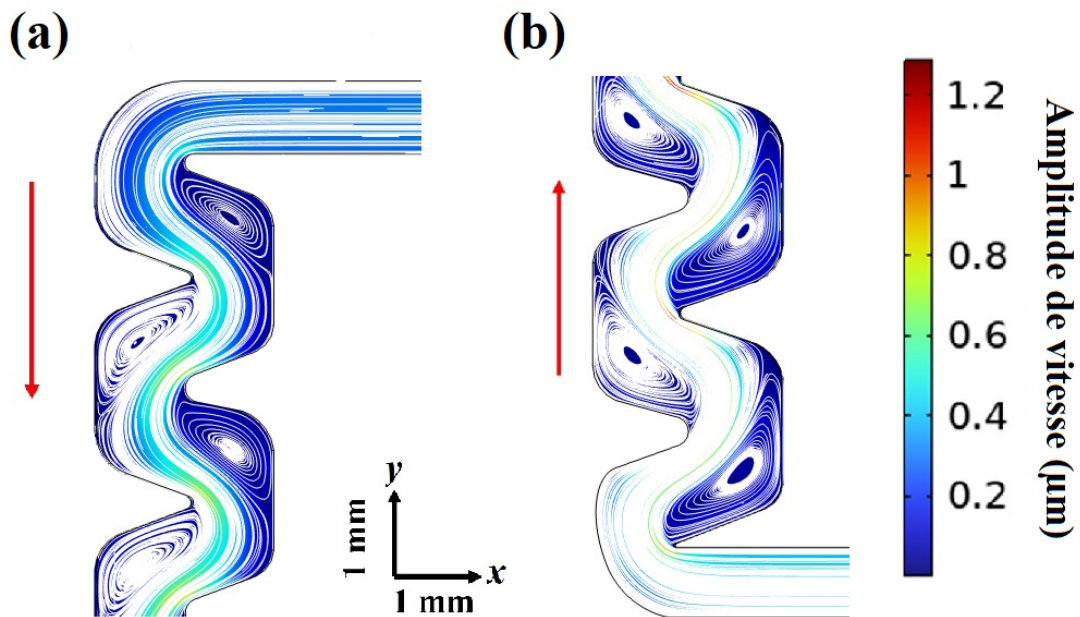


**FIGURE II.6** – Profils de vitesse normée calculés avec le modèle  $k-\epsilon$  sur le canal 1 (à gauche) et le canal 2 (à droite).

Les vitesses et les formes de profils sont semblables à celles présentées par [Al-Muhammad \(2016\)](#) avec un nombre de Reynolds de 400 dans une géométrie similaire. On remarque que dans les deux canaux, le profil 1, qui se situe dans la première chicane, est différent des autres. En effet, ce profil comprend le canal d'entrée entre  $x=1000 \mu\text{m}$  et  $x=2500 \mu\text{m}$ . La vitesse dans la partie du canal d'entrée correspond à la vitesse fixée en entrée de 0,3 m/s. À l'entrée du second canal, la vitesse est d'environ 0,45 m/s et l'accélération est due au changement de géométrie. On remarque que la vitesse dans la première chicane (profil 1.1,  $x=0 \mu\text{m}$ ) est plus élevée que pour les autres chicanes au bord de la paroi gauche. Les profils 2 à 5 ont des formes similaires mais inversées en raison de la géométrie en labyrinthe. On différencie une zone à vitesse normée d'écoulement élevée (entre 1,2 et 1,7) de celles à vitesse normée plus faible sur les deux canaux. Dans les deux canaux, les vitesses normées augmentent le long du canal, ce qui signifie que l'écoulement n'est pas stabilisé dans la zone étudiée. La forme des profils 1.2 et 2.2 diffère. Au bord de la paroi gauche ( $x=0 \mu\text{m}$ ) la vitesse est supérieure de 0,4 dans le canal 2. De ce fait, il semble qu'au niveau du profil 2.2, l'écoulement n'est pas encore stabilisé en proche paroi à un Re de 400 tandis que sur le profil 1.2 (Re=300) il est stabilisé. La différence de Re semble donc impacter principalement la vitesse dans la zone proche de la paroi gauche. Pour le canal 1, la vitesse est plus élevée sur les profils 1.3 et 1.5 que sur les profils 1.2 et 1.4. Une différence de 0,2 est observable, signifiant que l'écoulement semble asymétrique selon l'axe y. Ce phénomène ne semble pas marqué sur le canal 2. Il semble donc qu'un nombre de Reynolds de 400 soit plus propice à un écoulement symétrique tandis qu'un Re à 300 engendre une asymétrie. Enfin, on remarque que le pic de vitesse est plus étroit dans le canal 2 (largeur de  $1300 \mu\text{m}$ ) que dans le canal 1 (largeur de  $1800 \mu\text{m}$ ), signifiant que la zone à vitesse d'écoulement élevée est plus réduite dans le second canal. À l'inverse, les zones à faible vitesse sont moins amples dans le canal 1. Un nombre de Reynolds plus élevé semble donc causer une zone à vitesse élevée plus étroite et des zones à faibles vitesses plus amples.

Les lignes de courant associées sont présentées dans la Figure II.7.

Elles permettent d'identifier les deux zones d'écoulement de l'eau. L'écoulement principal à vitesse élevée, au centre des canaux est constitué de lignes de courant parcourant toute la géométrie. Les zones à faible vitesse sont représentées par des lignes de courant circulaires dans les chicanes. Comme ces lignes de courant sont circulaires, cela indique que l'eau forme un vortex dans ces zones. La vitesse d'écoulement y est peu élevée mais l'eau effectue une rotation.

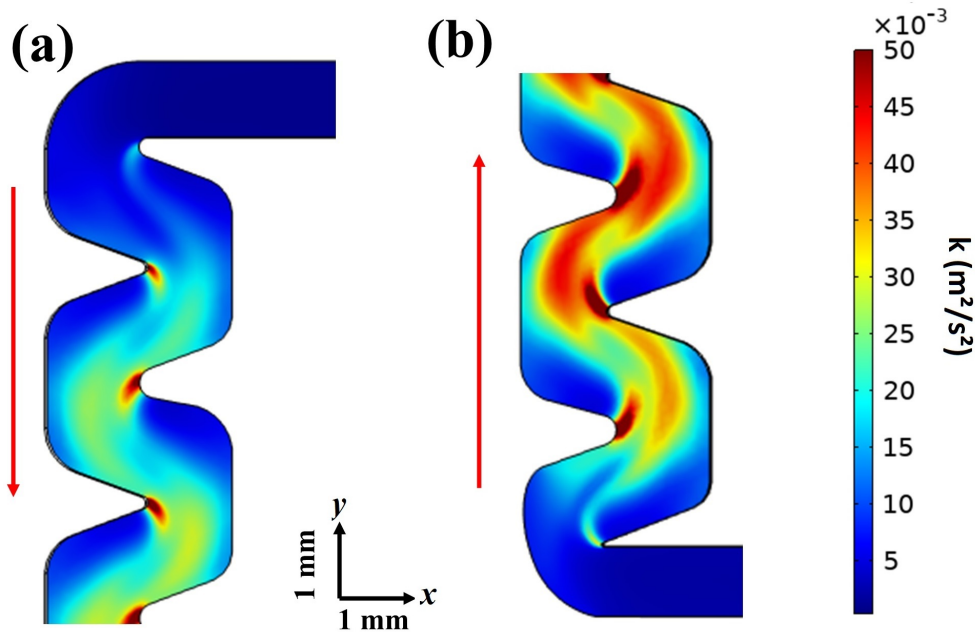


**FIGURE II.7** – Lignes de courant dans (a) le canal 1 ( $Re=300$ ) et (b) le canal 2 ( $Re=400$ ) à  $z=250 \mu\text{m}$  avec le modèle  $k-\epsilon$ .

- Paramètres de turbulence

La turbulence se traduit par un mouvement tourbillonnaire de l'eau. Dans le cadre des modèles testés, deux paramètres majeurs permettent d'évaluer la turbulence : l'énergie cinétique de turbulence ( $k$ ) qui représente l'énergie portée par les composantes de la turbulence et la dissipation turbulente ( $\epsilon$ ) qui traduit la dissipation de cette énergie. L'énergie cinétique de turbulence traduit l'apparition de phénomènes de turbulence. Ce paramètre a été représenté dans la géométrie étudiée dans la Figure II.8.

La valeur de  $k$  est globalement plus élevée dans le canal 2 où le nombre de Reynolds est plus élevé. La valeur de  $k$  est plus importante au niveau des dents des chicanes. La tendance de  $k$  est similaire à celle des champs de vitesse et présente des zones à turbulence élevée au centre et plus faible dans les angles des chicanes. Néanmoins, dans les parties des chicanes les plus éloignées de l'entrée, la valeur de  $k$  est élevée. Globalement, ces valeurs sont inférieures à celles présentées par [Al-Muhammad \(2016\)](#) notamment pour une géométrie et un nombre de Reynolds similaires. Cette différence peut être due à une différence de paramétrisation du modèle  $k-\epsilon$ . Le tracé des profils de  $k$

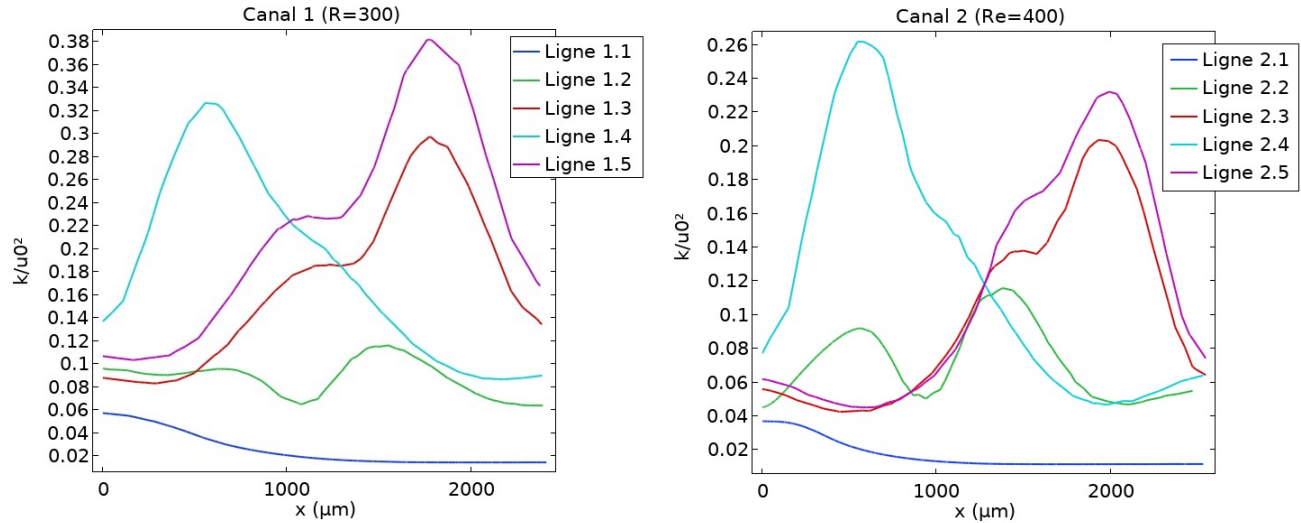


**FIGURE II.8** – Champs d'énergie cinétique de turbulence ( $k$ ) dans (a) le canal 1 ( $Re=300$ ) et (b) le canal 2 ( $Re=400$ ) à  $z=250 \mu\text{m}$  avec le modèle  $k-\epsilon$ .

permet d'en visualiser l'évolution le long de la zone du canal étudiée. Ces tracés sont présentés dans la Figure II.9. À nouveau,  $k$  a été normé par le carré de la vitesse d'entrée pour pouvoir comparer les deux canaux aux nombres de Reynolds différents.

Sur les profils 1.1 et 2.1, on constate que les valeurs de  $\frac{k}{u_0^2}$  sont faibles. Dans la première chicane, les phénomènes de turbulence sont donc faibles. Les profils 1.2 et 2.2 sont différents des suivants. Cela indique qu'à l'entrée de la seconde chicane, la turbulence n'est pas encore totalement établie et ce pour les deux canaux. Dans les profils suivants, la valeur de  $\frac{k}{u_0^2}$  est élevée là où la vitesse est élevée et inversement. On remarque néanmoins la présence d'un palier dans la zone centrale (entre  $x=1000 \mu\text{m}$  et  $x=1500 \mu\text{m}$ ), en particulier pour les profils 1.3, 1.5, 2.3 et 2.5. En observant les profils 1.4 et 2.4, on constate que la valeur de  $\frac{k}{u_0^2}$  y est plus faible que sur les autres profils pour le canal 1 et plus élevée sur le canal 2. D'autre part, la valeur de  $\frac{k}{u_0^2}$  varie entre 0,01 et 0,37 dans le canal 1 et entre 0,01 et 0,26 dans le canal 2. Le nombre de Reynolds semble donc avoir un effet sur la valeur globale de  $\frac{k}{u_0^2}$ . Les valeurs de  $k$  sont plus élevées dans le canal 2 mais la vitesse y est aussi plus élevée. D'après le Figure II.8, la turbulence reste plus importante dans le canal 2. La

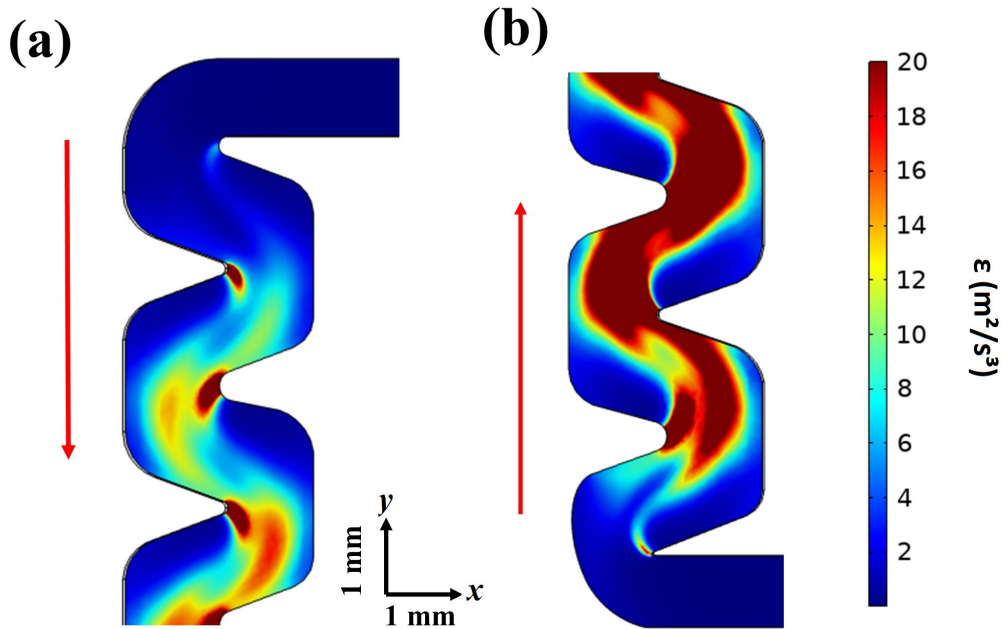




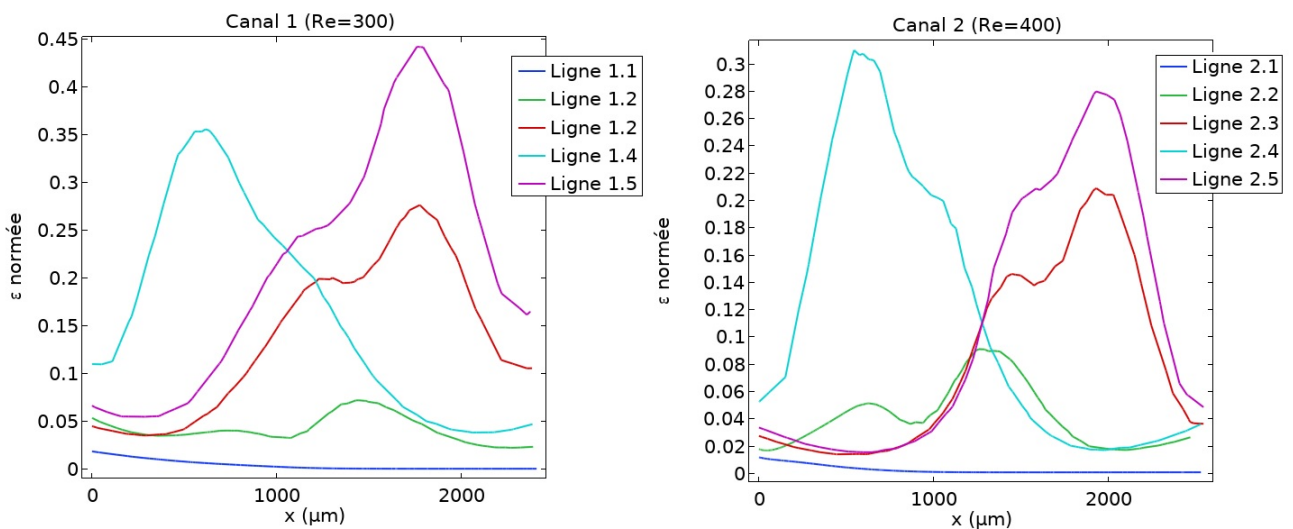
**FIGURE II.9** – Profils d'énergie cinétique de turbulence ( $k$ ) normée calculés avec le modèle  $k-\epsilon$  sur le canal 1 (à gauche) et le canal 2 (à droite).

comparaison normée permet en revanche de voir qu'une différence des champs de turbulence est observable entre les deux canaux. La zone à  $k$  élevée est plus large dans le canal 1, de la même manière que la vitesse. Et enfin, le profil 4, situé entre les chicanes 3 et 4, semble être sujet à une turbulence plus élevée dans le canal 2 que dans le canal 1.

Pour compléter ces observations, la dissipation turbulence ( $\epsilon$ ) a été calculée sur la zone étudiée. La dissipation est liée à l'énergie cinétique de turbulence et permet d'appréhender l'échelle de temps de la turbulence notamment. Les valeurs d' $\epsilon$  sont présentées dans la Figure II.10. La tendance d' $\epsilon$  est visuellement très proche de celle de  $k$ . Là où l'énergie cinétique de turbulence est élevée, sa dissipation l'est aussi. Les profils associés sont présentés dans la Figure II.11. La valeur de  $\epsilon$  a été normée par  $\frac{w_0^3}{W}$  où  $W = 1000 \mu\text{m}$  est la largeur du canal. Les profils obtenus sont très similaires à ceux de  $k$ . On remarque que dans les profils 1.1 et 2.1, la valeur de  $\epsilon$  est nulle dans la zone où  $x > 2000 \mu\text{m}$ . Cela confirme que dans le canal d'entrée précédant la géométrie en labyrinthe, il n'y a pas de phénomènes de turbulence. Les valeurs de  $\epsilon$  normées obtenues sont inférieures à celles de la littérature pour des conditions similaires. Mais comme les valeurs de  $k$  sont aussi inférieures, cela semble cohérent. L'observation des profils de  $\epsilon$  permet de confirmer que la turbulence n'atteint son profil récurrent qu'à la fin de la chicane 2. De la même manière que pour  $k$ , les profils 1.4 et 2.4, situés entre les chicanes 3 et 4, sont différents selon le nombre de Reynolds associé.



**FIGURE II.10** – Champs de dissipation turbulente ( $\epsilon$ ) dans (a) le canal 1 ( $Re=300$ ) et (b) le canal 2 ( $Re=400$ ) à  $z=250 \mu m$  avec le modèle  $k-\epsilon$ .



**FIGURE II.11** – Profils de dissipation turbulente ( $\epsilon$ ) normée calculés avec le modèles  $k-\epsilon$  sur le canal 1 (à gauche) et le canal 2 (à droite).

### II.3.3 Discussion

L'étude de l'écoulement a été réalisée par modélisation numérique en utilisant le modèle  $k-\epsilon$ . Cela a permis d'identifier des zones d'écoulement différentes en termes de vitesse et de turbulence.



La vitesse est plus élevée au centre du canal, il s'agit de l'écoulement principal. Dans cette zone, les paramètres de turbulence sont aussi plus élevés à partir de la seconde chicane. Dans la première chicane, les phénomènes de turbulence sont peu importants. La vitesse et la turbulence divergent dans les angles des chicanes opposés à l'entrée du canal. Dans ces zones, la vitesse est faible mais la turbulence est élevée. Cette différence provient des autres composantes de la vitesse selon les deux autres axes d'une part et des fluctuations de la vitesse d'autre part. Cette différence pourra permettre d'identifier le paramètre hydrodynamique le plus influent sur le colmatage entre la vitesse et la turbulence. Enfin, les angles des chicanes où la vitesse et la turbulence sont faibles constituent des zones de recirculation à faible vitesse et sans fluctuations de vitesse.

Les deux canaux ont permis d'étudier l'effet du nombre de Reynolds sur la vitesse d'écoulement et la turbulence. Un nombre de Reynolds plus élevé induit une vitesse d'écoulement et une énergie cinétique de turbulence ( $k$ ) plus élevées. L'étude des profils normés a permis d'identifier des zones de différence selon le nombre de Reynolds. Un nombre de Reynolds plus élevé engendre un affinement de la zone d'écoulement principal. Cela favorise donc les zones à faible vitesse d'écoulement. De plus, une différence a été identifiée entre les chicanes 3 et 4. Cette zone est celle qui présente les valeurs de vitesse et de  $k$  les plus élevées avec un  $Re$  de 400 et les plus faibles avec un  $Re$  de 300. Cette différence est difficile à expliquer mais pourrait avoir un impact sur le colmatage dans cette zone. D'autre part, l'énergie cinétique de turbulence ( $k$ ) et la dissipation ( $\epsilon$ ) associée sont nécessaires au fonctionnement du goutteur. L'énergie cinétique du fluide en entrée est transformée en énergie cinétique de turbulence puis dissipée le long du goutteur. Cela permet d'avoir des gouttes en sortie de goutteur. Les valeurs de  $k$  et  $\epsilon$  étant plus élevées dans le second canal, il semble offrir une meilleure dissipation de l'énergie.

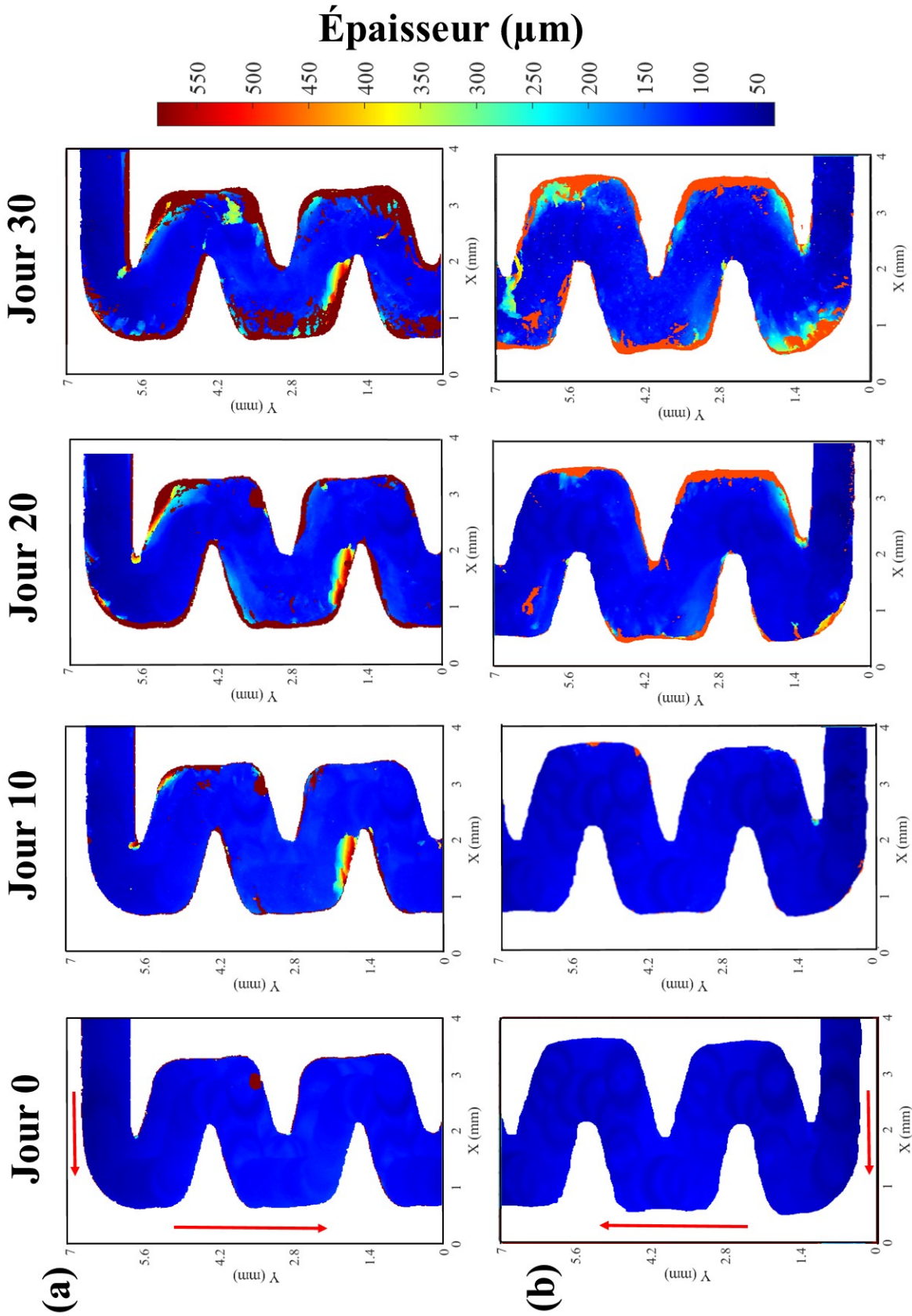
Afin de pouvoir comparer l'écoulement aux phénomènes de colmatage, la section suivante se focalise sur la mesure de trois types de colmatage au cours du temps dans les deux canaux étudiés.

## II.4 Observation du colmatage par imagerie OCT

Dans un premier temps, les observations de colmatage sont présentées séparément puis sont confrontées selon la vitesse de formation du colmatage, sa localisation et sa quantité au sein du canal.

### II.4.1 Colmatage par kaolinite

La campagne de mesure de colmatage par kaolinite a duré 30 jours. Les images acquises par OCT aux jours 0,10, 20 et 30 sur les quatre premières chicanes des deux canaux sont présentées sur la Figure II.12. Les images associées aux autres jours sont disponibles dans l'Annexe B. Au jour 0 (Figure II.12), aucun colmatage n'est présent mais l'on peut déjà observer certains aspects. Sur les images du canal 1, un artefact est présent dans la seconde chicane. Cet artefact est dû à la présence d'un impact sur la vitre constituant la face supérieure de la cellule millifluidique. Pour la quantification du colmatage, cet artefact n'a pas d'influence car les épaisseurs sont calculées après soustraction de l'épaisseur mesurée au jour 0. Le canal 2 est moins profond (450  $\mu\text{m}$  au lieu de 600  $\mu\text{m}$  pour le canal 1) que le canal 1, la hauteur maximale sur les images OCT est donc différente (Figures II.12 à II.15). La vitesse d'écoulement est supérieure dans le second canal et le nombre de Reynolds y est plus élevé (300 dans le canal 1 et 400 dans le canal 2). La distance entre le fond du canal et la vitre supérieure est moins élevée dans le canal 2. Ici aussi, cela ne gêne pas à la quantification du colmatage. Enfin, on remarque des formes circulaires au fond du canal 2. Il s'agit des empreintes laissées par la fraise lors de l'usinage de plaque en plexiglas constituant le fond du canal. Ces traces laissées par la fraise induisent une rugosité plus élevée dans le second canal. Une photo de ces rainures est disponible en Annexe C. Bien que sur les mesures OCT les rainures soient plus visibles sur le canal 2, elles sont présentes dans les deux canaux et induisent une rugosité de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ .



**FIGURE II.12** – Images OCT obtenues dans les 4 premières chicanes aux jours 0, 10, 20 et 30 dans le (a) canal 1 et (b) le canal 2 lors de la campagne de colmatage par kaolinite. Les flèches rouges indiquent le sens de circulation de l'eau. L'épaisseur de colmatage varie entre 0  $\mu\text{m}$  (bleu foncé) et 600  $\mu\text{m}$  (rouge foncé).

- Colmatage dans le canal 1 ( $Re=300$ )

Le colmatage dans le canal 1 est visible au jour 10 principalement dans les chicanes 2 et 3. Certaines taches de colmatage avec un diamètre inférieur à 100  $\mu\text{m}$  ont une épaisseur de l'ordre de 600  $\mu\text{m}$ , soit la hauteur maximale possible. Il semble donc s'agir de colmatage situé sur la face supérieure du canal. En effet, la longueur d'onde utilisée par l'OCT (930 nm) ne permet pas visualiser au-delà des amas de kaolinite. Le signal est donc totalement réfléchi par la présence de kaolinite et il n'est possible de voir que la hauteur des premières particules de kaolinite rencontrées par le signal lumineux. Dans ce cas, la présence de colmatage à l'épaisseur maximale à ce stade de la campagne est donc plus probablement liée à une formation de colmatage sur le haut du canal, soit une épaisseur de 600  $\mu\text{m}$ . D'autre part, deux zones de colmatage graduel apparaissent : dans la partie supérieure de la chicane 2 et dans la partie inférieure de la chicane 3. Dans ces zones, on constate un effet graduel du colmatage allant du fond du canal jusqu'à 600  $\mu\text{m}$  d'épaisseur au bord de la paroi.

Il est probable qu'au cours des 10 jours de campagne, le dépôt de particules ait formé un agrégat (Henry et al., 2012). Au 20<sup>ème</sup> jour de fonctionnement, la zone de colmatage dans la chicane 2 couvre une zone plus importante du canal tandis que la zone de colmatage dans la chicane 3 n'a pas évolué. Au bord des parois du canal, de la kaolinite est présente avec une épaisseur de 600  $\mu\text{m}$ . Il est difficile de dire dans ce cas s'il s'agit de colmatage formé sur la face supérieure ou si une couche de kaolinite s'est formée depuis le fond du canal dans cette zone. En fin de campagne, le colmatage est présent dans toutes les chicanes observées. Les zones de colmatage précédemment observées occupent une surface plus importante. Du colmatage s'est formé sur la partie supérieure du canal dans les chicanes 3 et 4. Ce colmatage recouvre l'intégralité de la chicane 3 et la partie inférieure de la chicane 4.

Le colmatage s'est donc formé premièrement dans les chicanes 2 et 3 en formant un dépôt graduel. Ce dépôt occupe une surface croissante au cours de la campagne, conformément aux mécanismes d'interaction particule-particule détaillés par Henry et al. (2012). Le dépôt d'une particule se fait en premier puis d'autres particules viennent adhérer à cette particule, formant un agrégat qui va croître au fur et à mesure du passage de particules à proximité. De plus, le colmatage se forme aussi préférentiellement au bord des parois du canal. À ce niveau, il s'agit de l'interaction particule-

surface, conditionnée par les conditions hydrodynamiques et la rugosité qui cause ce dépôt (Gudipaty et al., 2011; Henry et al., 2012). À côté de cela, des particules de kaolinite se déposent sur la partie supérieure du canal, en particulier à partir de la 3<sup>ème</sup> chicane. Cet aspect est assez inattendu : la rugosité du fond du canal est de l'ordre de 5 à 10  $\mu\text{m}$  tandis que celle de la partie supérieure en verre est inférieure à 1  $\mu\text{m}$ . Il semble donc étrange que la kaolinite se dépose sur le verre plutôt que sur le plexiglas qui est plus rugueux.

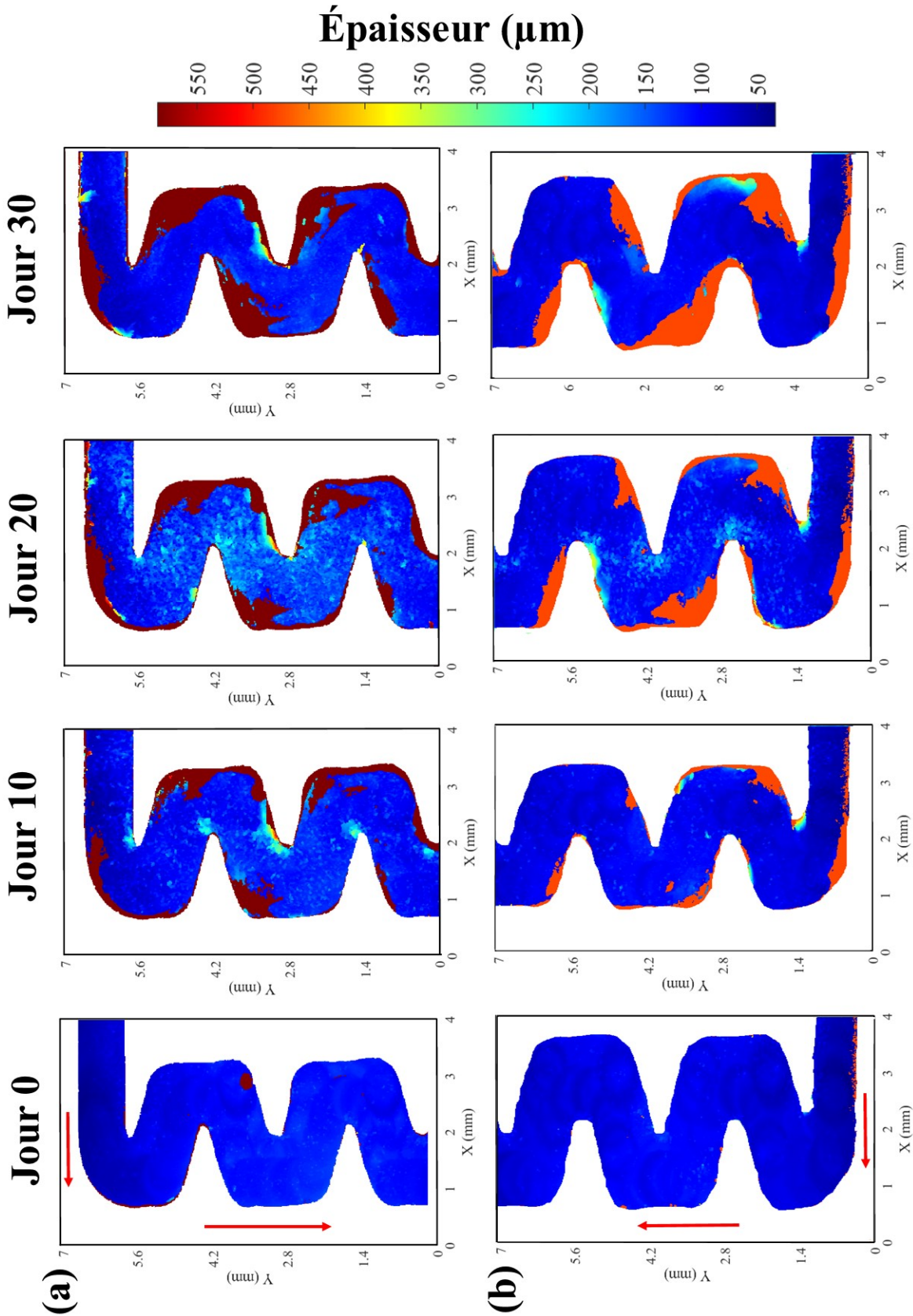
- Colmatage dans le canal 2 ( $Re=400$ )

Dans le second canal ayant une hauteur de 450  $\mu\text{m}$ , le colmatage n'est observable qu'à partir du 20<sup>ème</sup> jour de fonctionnement. Ici aussi, une couche épaisse se forme au bord des parois de l'intégralité du canal. De plus, un dépôt avec une épaisseur allant jusqu'à 220  $\mu\text{m}$  est présent dans la seconde chicane, à une position similaire à celui observé dans le premier canal. On remarque aussi des dépôts avec des épaisseurs plus faibles, comprises entre 150 et 190  $\mu\text{m}$  dans les chicanes 3 et 4. En fin de campagne, le colmatage dans les chicanes 2 et 3 semble avoir progressé au bord de la paroi seulement. En revanche, pour les chicanes 1 et 4, la progression est plus importante. Un amas important s'est formé dans la chicane 1 et présente une épaisseur graduelle allant du fond du canal jusqu'à la hauteur maximale de 450  $\mu\text{m}$ .

Avec ce second canal, la chicane 2 est aussi la première touchée mais les chicanes 3 et 4 le sont aussi dans une moindre mesure au 10<sup>ème</sup> jour. Le colmatage apparaît donc plus tard que pour le canal 1. En revanche, en fin de campagne ce sont les chicanes 1 et 4 qui sont les plus impactées, à l'inverse de ce qui avait été observé sur le premier canal.

## II.4.2 Colmatage par carbonate de calcium

La campagne de mesure de colmatage par carbonate de calcium a duré 30 jours. Les images acquises par OCT aux jours 0,10, 20 et 30 sur les quatre premières chicanes des deux canaux sont présentées sur la Figure II.13.



**FIGURE II.13** – Images OCT obtenues dans les 4 premières chicanes aux jours 0, 10, 20 et 30 dans le (a) canal 1 et (b) le canal 2 lors de la campagne de colmatage par carbonate de calcium. Les flèches rouges indiquent le sens de circulation de l'eau. L'épaisseur de colmatage varie entre 0  $\mu\text{m}$  (bleu foncé) et 600  $\mu\text{m}$  (rouge foncé).



- Colmatage dans le canal 1 ( $Re=300$ )

Le colmatage dans le canal 1 est observable au 10<sup>ème</sup> jour. Dès le 10<sup>ème</sup> jour, les quatre chicanes observées sont touchées par le colmatage. Des zones de colmatage sont observables dans la partie supérieure de chaque chicane. Le colmatage dans ces zones semble s'être formé sur le haut du canal, d'où une épaisseur maximale (en rouge foncé sur la Figure II.13). Des zones de colmatage avec des épaisseurs de l'ordre de 150  $\mu\text{m}$  sont présentes au niveau de chacune des dents du labyrinthe. Au 20<sup>ème</sup> jour, les zones de colmatage par le haut du canal ont gagné en superficie et les zones de colmatage sur les dents du labyrinthe ont disparu. L'augmentation des zones de colmatage là où la vitesse est faible est due à un mécanisme de dépôt. La disparition du colmatage au niveau des dents est probablement liée à l'érosion engendrée par le cisaillement. L'augmentation des agrégats, soumis au cisaillement a pu engendrer un phénomène de décollement.

En revanche, on remarque des amas de carbonate de calcium dans l'intégralité du canal avec des épaisseurs de l'ordre de 100 à 150  $\mu\text{m}$  probablement causé par la rugosité du fond du canal. En fin de campagne, seul le colmatage estimé en haut du canal est toujours présent et on remarque une épaisseur graduelle autour de la 3<sup>ème</sup> chicane, indiquant la présence de colmatage de bas en haut dans le canal. Le colmatage au fond du centre du canal a dû subir un décollement.

- Colmatage dans le canal 2 ( $Re=400$ )

Dans le second canal aussi, le colmatage apparaît dès le 10<sup>ème</sup> jour et impacte les quatre premières chicanes. Les mêmes zones sont touchées par un colmatage qui semble formé en haut du canal. Les dents de la première et de la troisième chicane sont aussi touchées. Au 20<sup>ème</sup> jour, les zones de colmatage sont plus grandes et on retrouve les particules de colmatage au fond de l'intégralité du canal. De plus, au niveau des dents du labyrinthe, on observe des zones où le colmatage atteint une épaisseur de 150 à 200  $\mu\text{m}$ . En fin de campagne, les effets sont similaires au premier canal : le colmatage en haut du canal a gagné en surface et le colmatage au fond s'est atténué. L'effet de colmatage graduel est observable sur les chicanes 2 et 3.

Avec le carbonate de calcium, le colmatage est observable dans les deux canaux et sur les chicanes observées à partir du 10<sup>ème</sup> jour. De plus, on observe du colmatage au niveau des dents du labyrinthe et du fond du canal, contrairement au colmatage par kaolinite qui était uniquement présent dans les chicanes et le long des parois. Même si le carbonate de calcium a été introduit sous

forme précipitée, la formation de colmatage est différente d'avec la kaolinite dans les mêmes conditions d'écoulement. Le colmatage par carbonate de calcium se forme plus rapidement et touche les dents du canal. Cela souligne l'importance de considérer ces deux matériaux différemment lors de l'étude de l'influence des paramètres hydrodynamiques.

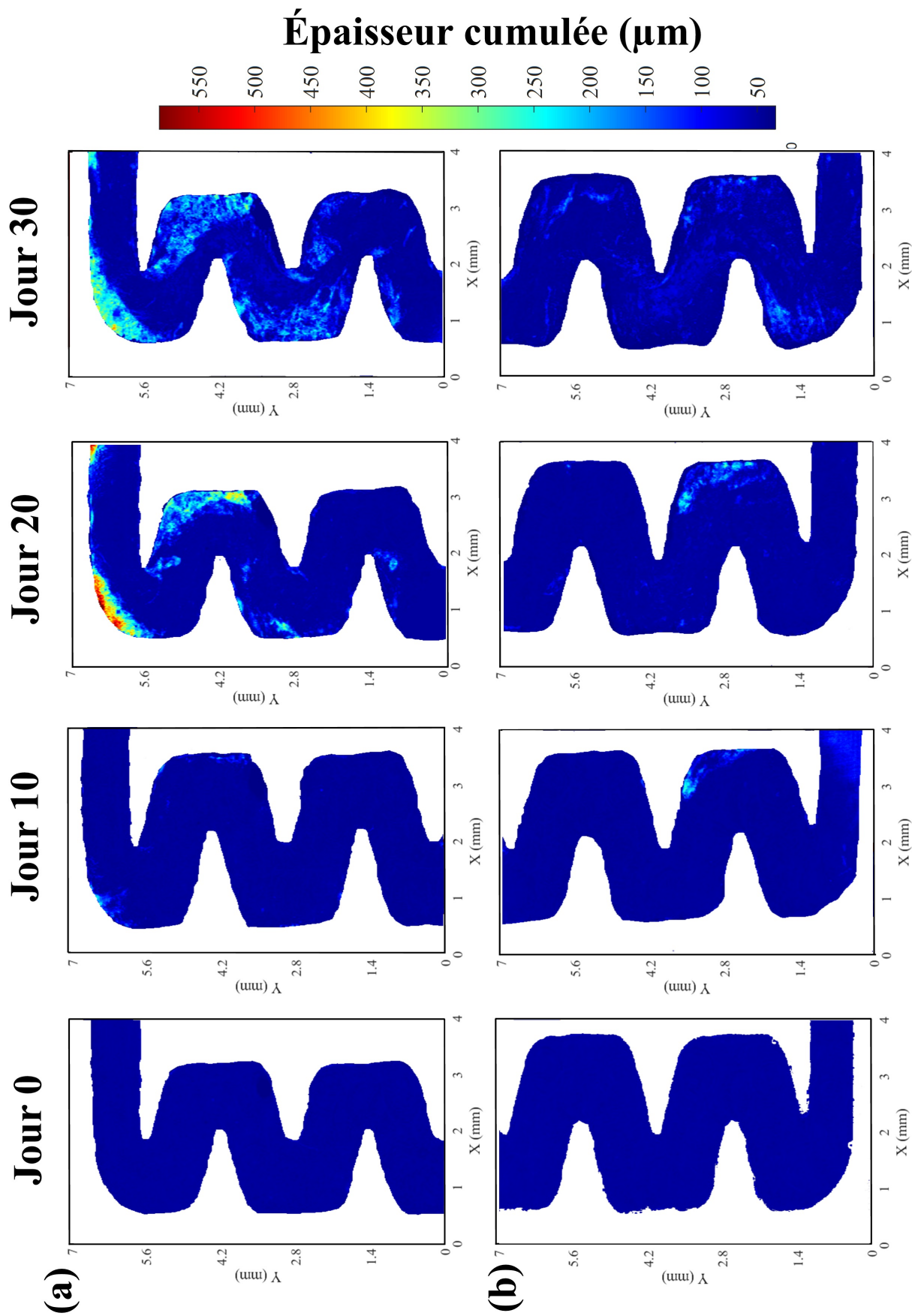
### II.4.3 Colmatage par biofilm

La campagne de mesure de colmatage par biofilm a duré 30 jours. Dans le cadre du colmatage par biofilm, le signal utilisé pour la mesure OCT permet d'avoir une mesure transversale sur l'intégralité de la hauteur du canal. Il est donc possible d'évaluer le colmatage de deux manières : en effectuant un cumul du biofilm présent pour déterminer une épaisseur cumulée ou en retenant la hauteur maximale atteinte par le colmatage et mesurer l'épaisseur maximale. La Figure II.14 représente le cumul de biofilm dans les quatre premières chicanes des deux canaux aux jours 0, 10, 20 et 30 tandis que la Figure II.15 représente l'épaisseur maximale atteinte par le colmatage biologique dans ces mêmes zones. L'étude de l'épaisseur de biofilm cumulée permet d'évaluer la quantité réelle de biofilm présente tandis que celle de la hauteur maximale du biofilm permet de savoir si le développement se fait au fond ou en haut du canal.

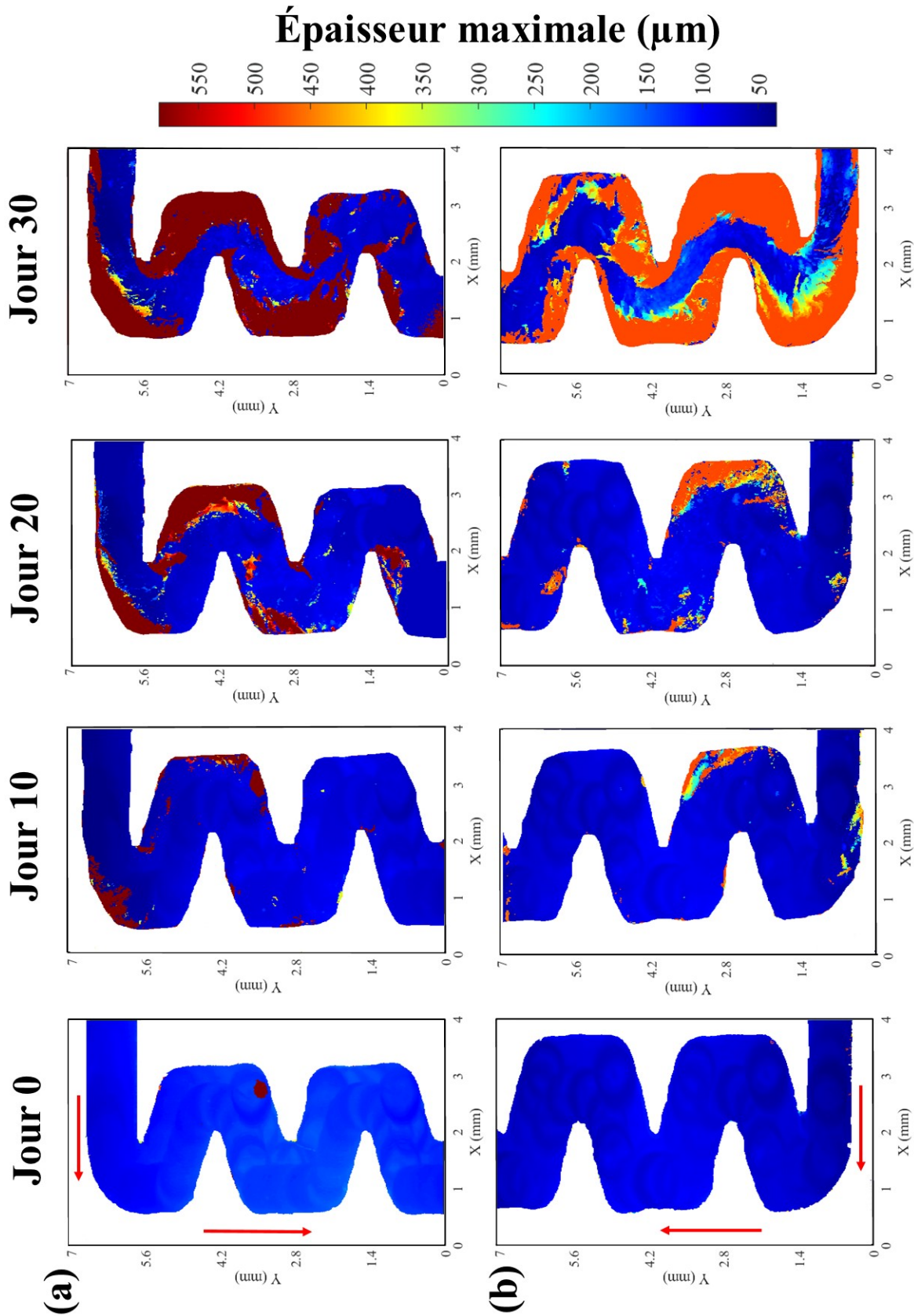
- Colmatage dans le canal 1 ( $Re=300$ )

Le biofilm commence à se développer à partir du 10<sup>ème</sup> jour dans la première chicane avec une épaisseur cumulée maximale de 200  $\mu\text{m}$ . Sur la Figure II.15, on remarque que la hauteur de biofilm est de 600  $\mu\text{m}$  et est donc maximale. Cela indique que le biofilm s'est formé sur la face supérieure du canal. Cette épaisseur évolue jusqu'à atteindre 500  $\mu\text{m}$  au 20<sup>ème</sup> jour. À ce stade, le biofilm s'est aussi développé à l'entrée du labyrinthe et dans les chicanes 2 et 3 avec des épaisseurs cumulées maximales de 370  $\mu\text{m}$  et 250  $\mu\text{m}$  respectivement. On remarque que la hauteur de biofilm n'est pas maximale partout, ce qui suggère que le biofilm formé n'est pas attaché partout à la face supérieure du canal. En fin de campagne, les épaisseurs cumulées maximales sont plus faibles avec un maximum d'environ 300  $\mu\text{m}$  dans la première chicane, ce qui laisse penser à un phénomène de détachement du biofilm au niveau de la première chicane. Mais la zone couverte par le biofilm s'étend sur tout l'intérieur des chicanes 2 et 3 et atteint la chicane 4.





**FIGURE II.14** – Cumul de biofilm sur la hauteur du canal observé par OCT dans les 4 premières chicanes aux jours 0, 10, 20 et 30 dans le (a) canal 1 et (b) le canal 2 lors de la campagne de colmatage par biofilm. Les flèches rouges indiquent le sens de circulation de l'eau. L'épaisseur de biofilm cumulée varie entre 0  $\mu\text{m}$  (bleu foncé) et 600  $\mu\text{m}$  (rouge foncé).



**FIGURE II.15** – Hauteur maximale de biofilm sur la hauteur du canal observée par OCT dans les 4 premières chicanes aux jours 0, 10, 20 et 30 dans le canal 1 et (b) le canal 2 lors de la campagne de colmatage par biofilm. Les flèches rouges indiquent le sens de circulation de l'eau. L'épaisseur de biofilm maximale varie entre 0 µm (bleu foncé) et 600 µm (rouge foncé).

- Colmatage dans le canal 2 ( $Re=400$ )

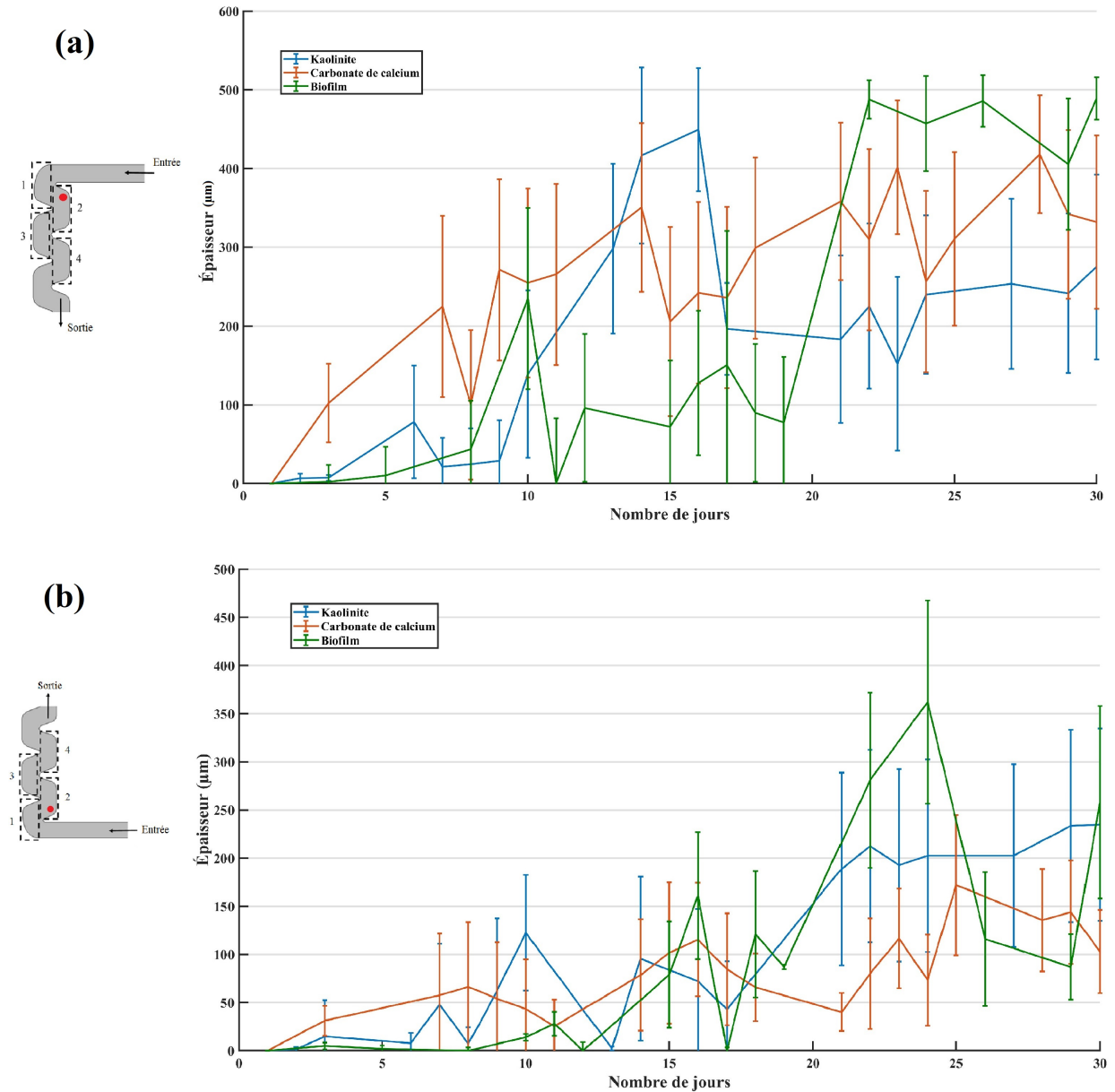
Dans le second canal le biofilm apparaît au 10<sup>ème</sup> jour aussi mais dans la chicane 2 avec une épaisseur cumulée maximale de 230  $\mu\text{m}$  et est attaché à la face supérieure du canal. Au 20<sup>ème</sup> jour, la chicane 2 est toujours la seule touchée mais avec une surface de biofilm plus importante. Au 30<sup>ème</sup> jour, les quatre premières chicanes montrent la présence de biofilm mais avec une épaisseur cumulée ne dépassant pas 200  $\mu\text{m}$ .

Le suivi de l'épaisseur cumulée (Figure II.14) et de l'épaisseur maximale (Figure II.15) permet de voir que la formation du biofilm se fait principalement en haut dans le second canal. En effet, les épaisseurs cumulées y sont inférieures à 250  $\mu\text{m}$  tandis que les épaisseurs maximales atteignent le haut du canal. Le biofilm formé dans le second canal semble donc peu épais mais attaché à la partie supérieure du canal. Dans le premier canal, le biofilm se forme aussi dans la partie supérieure mais est plus épais d'après l'épaisseur cumulée mesurée.

Le développement de biofilm suit encore un autre schéma que le colmatage par kaolinite et carbonate de calcium. Le biofilm se développe d'abord et principalement dans les deux premières chicanes du premier canal et la seconde chicane du second canal. Ce développement se fait sur la face supérieure en verre du canal comme le montre la Figure II.15. En fin de campagne, les quatre chicanes des deux canaux sont touchées. Le biofilm semble se développer au bord des parois des chicanes et non sur les dents du labyrinthe. La couverture par le colmatage biologique semble pouvoir se faire dans tout le fond du canal mais nécessite les 30 jours de campagne pour être observable. Enfin, le biofilm formé dans le canal 1 a une épaisseur plus élevée que dans le canal 2.

#### II.4.4 Comparaison des types de colmatage

Chaque type de colmatage testé présente des localisations, des cinétiques de formation et des quantités propres. Pour approfondir ces mesures, l'épaisseur de chacun des types de colmatage au cours du temps est étudiée. Un point de mesure ayant un diamètre de 100  $\mu\text{m}$  dans la chicane 2 de chaque canal a été retenu pour cette étude car il s'agit d'une des seules zones touchées par les trois types de colmatage. L'évolution de l'épaisseur de colmatage est présentée dans la Figure II.16.



**FIGURE II.16** – Évolution de l'épaisseur moyenne des trois matériaux colmatants sur un point de mesure de diamètre 100 µm situé dans la chicane 2 du (a) canal 1 ( $Re = 300$ ) et (b) canal 2 ( $Re = 400$ ).

Le premier point important à souligner est l'écart-type des mesures. Pour évaluer l'épaisseur de colmatage sur une zone, une moyenne sur un cercle ayant diamètre de 100 µm a été réalisée. Ce choix provient de la taille de la zone de mesure spectrale utilisée dans le Chapitre IV. Or, sur cette surface, le colmatage semble hétérogène. Ces hétérogénéités proviennent de la nature du colmatage

qui est un amas de particules ou un biofilm. Le colmatage formé ne constitue donc pas une surface plane ou un « bloc » mais plutôt un volume avec des aspérités. La taille des particules utilisées ici est de l'ordre de 1  $\mu\text{m}$  donc ces hétérogénéités peuvent être nombreuses sur un cercle de diamètre 100  $\mu\text{m}$ . De même pour les biofilms qui forment une matrice liée mais hétérogène. Il en résulte des incertitudes sur la moyenne d'épaisseur pouvant atteindre 200  $\mu\text{m}$ . Cela représente 20% de la hauteur du canal 1 et environ 45% de la hauteur du canal 2. De telles incertitudes sont non négligeables. Dans la suite du manuscrit, la valeur moyenne seule (sans incertitudes) est présentée comme mesure de référence mais l'existence de cet aspect reste prise en compte.

Dans le premier canal, le colmatage par carbonate de calcium apparaît dès le 3<sup>ème</sup> jour avec une épaisseur moyenne de 100  $\mu\text{m}$ . Son évolution est globalement croissante jusqu'à atteindre une épaisseur moyenne supérieure à 400  $\mu\text{m}$  au jour 29. L'épaisseur moyenne de colmatage par kaolinite augmente brusquement entre les jours 9 et 15, passant de 30  $\mu\text{m}$  à 430  $\mu\text{m}$ . L'épaisseur de kaolinite diminue ensuite à 200  $\mu\text{m}$  au 16<sup>ème</sup> jour et stagne à cette valeur ensuite. Le colmatage biologique atteint une épaisseur moyenne de 215  $\mu\text{m}$  au jour 10. Cette épaisseur diminue et augmente à nouveau à partir du jour 19 pour atteindre 485  $\mu\text{m}$ .

Dans le second canal, l'épaisseur des trois types de colmatage ne dépasse pas 160  $\mu\text{m}$  durant les 20 premiers jours. Passé ce cap, le biofilm atteint une épaisseur moyenne de 360  $\mu\text{m}$  au 23<sup>ème</sup> jour. Puis l'épaisseur de biofilm diminue aux alentours de 100  $\mu\text{m}$  jusqu'au jour 29. La kaolinite atteint une épaisseur de 235  $\mu\text{m}$  après une évolution globalement croissante durant les 30 jours. L'épaisseur de carbonate de calcium ne dépasse pas 170  $\mu\text{m}$  durant la campagne de mesure.

On constate que les trois types de colmatage ont une évolution différente sur ce point de suivi. Dans les deux canaux, le colmatage par carbonate de calcium a une évolution croissante signifiant que matériau à tendance à s'accumuler pour former un colmatage de plus en plus épais. Le même phénomène semble régir le colmatage par kaolinite dans le canal 2. Mais dans le canal 1, l'épaisseur augmente rapidement avant de diminuer. Dans l'étude conduite, les particules de kaolinite ont été mises en présence de NaCl à  $10^{-2}$  mol/L pour favoriser les phénomènes d'agrégation (Bounoua, 2010; Oliveira et al., 2020). La formation d'agrégats devrait favoriser le dépôt des particules d'argile et favoriser le colmatage (Alince and van de Ven, 1993). L'évolution rapide de l'épaisseur de kaolinite peut traduire la formation d'un agrégat. Et la diminution qui suit pourrait être causée par



le détachement de cet agrégat lié aux conditions d'écoulement. Enfin, le biofilm a une épaisseur faible en début de campagne, qui augmente après le 20<sup>ème</sup> jour. Il semble donc que la formation de colmatage biologique ait une inertie due à l'activité biologique nécessaire à sa croissance. La diminution de l'épaisseur constatée dans le canal 2 pourrait avoir été causée par un phénomène de détachement du biofilm.

Dans l'ensemble, les épaisseurs de colmatage sont moins importantes dans le canal 2. En effet, dans le canal 2 ( $Re=400$ ), la plupart des mesures indiquent une épaisseur inférieure ou égale à 200  $\mu\text{m}$ , ce qui représente moins de 45% de la hauteur du canal. Dans le canal 1 ( $Re=300$ ), les épaisseurs dépassent 300  $\mu\text{m}$  à plusieurs reprises, ce qui représente plus de 50% de la hauteur du canal. De plus, le colmatage semble se former plus rapidement dans le canal 1 que dans le canal 2. Ces deux aspects peuvent être attribués à la différence de régime d'écoulement entre les deux canaux. Un nombre de Reynolds élevé semble engendrer une épaisseur de colmatage moins importante d'une part et une formation du colmatage plus lente d'autre part. Néanmoins, le second canal étant en continuité du premier, la différence de concentration entre les deux canaux liée à la formation de colmatage dans le canal 1 pourrait aussi avoir une influence.

D'après les mesures OCT présentées dans les Figures II.12 à II.15, on constate que le colmatage par carbonate de calcium couvre plus rapidement une grande surface du canal que celui par kaolinite. D'après les observations réalisées, le carbonate de calcium se dépose au fond ou en haut du canal. La couche de dépôt au fond est fine (entre 100 et 150  $\mu\text{m}$  d'épaisseur) et l'épaisseur de celle au-dessus est impossible à évaluer à partir de ces résultats. On peut donc supposer que le carbonate de calcium se dépose en couches fines sur les parois inférieures et supérieures du canal, couvrant une grande surface rapidement. Les deux types de colmatage semblent donc avoir deux mécanismes différents : le carbonate de calcium forme une couche fine sur tout le canal tandis que la kaolinite forme des agrégats d'épaisseur élevée dans des zones précises. Le fait que les agrégats d'argile aient une épaisseur plus élevée que ceux de carbonate de calcium pourrait être la cause de leur absence au niveau des dents du canal. En effet, leur taille pourrait être trop importante et empêcher leur maintien dans cette zone.

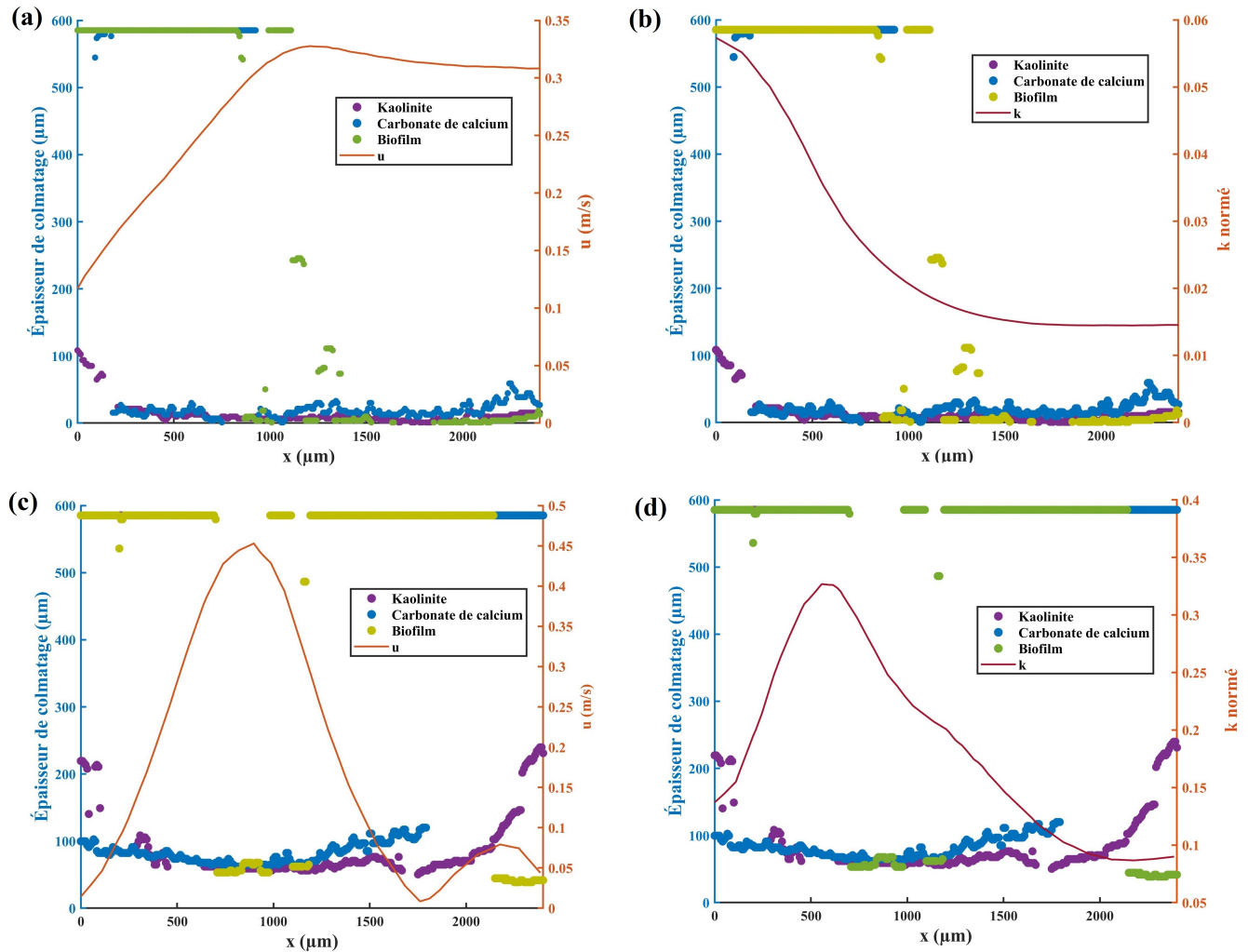
On remarque aussi que les trois types de colmatage ne se font pas exactement dans les mêmes zones. Le colmatage par kaolinite et par biofilm couvre toute la chicane tandis que celui par car-

bonate de calcium est localisé dans la partie de la chicane la plus proche de l'entrée du canal. Le colmatage se fait en revanche principalement à l'intérieur des chicanes et non au centre du canal. Ces observations sont conformes aux précédents travaux sur le sujet (Ait-Mouheb et al., 2019; Lequette et al., 2020; Oliveira et al., 2020). Mais on constate qu'au cours de la campagne, un dépôt de carbonate s'est fait au centre du canal. Ce dépôt n'a pas été retrouvé à l'observation suivante, ce qui suggère une limite entre épaisseur de colmatage et détachement. De même pour le biofilm, une couche au fond du canal s'est formée au cours du temps et pourrait, moyennant plus de temps, prendre plus d'ampleur.

Pour compléter la compréhension des mécanismes, ces mesures de colmatage ont été confrontées aux paramètres d'écoulements.

## II.5 Corrélation entre hydrodynamique et colmatage

D'après les travaux précédents sur le sujet, le colmatage semble principalement influencé par la vitesse de l'écoulement (Ait-Mouheb et al., 2019; Lequette et al., 2020). Mais les goutteurs sont usuellement dimensionnés de manière à maximiser l'énergie cinétique de turbulence (Yang et al., 2020). Une énergie cinétique de turbulence élevée permet a priori de limiter les phénomènes de colmatage. L'épaisseur moyenne de colmatage en fin de campagne de mesure (jour 30) le long des profils présentés dans la Figure II.5 a été comparée aux valeurs de  $u$  et de  $k$  normé ( $\frac{k}{w_0^2}$ ). Cette comparaison a été effectuée sur les profils 1.1 et 1.4 pour le premier canal ( $Re=300$ ) dans la Figure II.17. Ces profils ont été choisis car ce sont ceux qui présentent le plus de différence de tendance entre  $u$  et  $k$  normé d'une part et qui sont les plus différents entre les deux canaux d'autre part. Les graphes associés aux autres profils sont présents en Annexe D.



**FIGURE II.17** – Comparaison du colmatage sur le profil 1.1 avec (a)  $u$  et (b)  $k$  normé. Idem sur le profil 1.4 ((c) et (d) respectivement).

Sur les figures II.17a et II.17c, on remarque que le colmatage est plus épais là où la vitesse d'écoulement  $u$  est plus faible. Sur le profil 1.1, l'épaisseur de colmatage par biofilm et par carbonate de calcium dépasse 300  $\mu\text{m}$  principalement dans la zone où  $u < 0,3$  m/s. Sur le profil 1.4, une valeur de  $u$  supérieure à 0,4 m/s semble limiter l'épaisseur de colmatage. Dans les zones à faible vitesse d'écoulement (Figure II.17c, entre  $x=0$   $\mu\text{m}$  et  $x=300$   $\mu\text{m}$  et entre  $x=1700$   $\mu\text{m}$  et  $x=2500$   $\mu\text{m}$ ), les trois types de colmatage ont une épaisseur moyenne plus élevée que dans le reste du canal.

Les figures II.17b et II.17d permettent de comparer le colmatage aux valeurs de  $k$  normé. Le long du profil 1.1, la turbulence est faible car il s'agit de l'entrée du canal. La turbulence est plus



élevée au bord de la paroi gauche ( $x=0 \mu\text{m}$ ) mais le colmatage  $y$  est présent. La turbulence dans la première chicane pourrait donc ne pas être assez élevée pour limiter les phénomènes de colmatage. Le long du profil 1.4 (Figure II.17d), la turbulence est maximale à  $x=600 \mu\text{m}$ . Or, le colmatage est présent à cette position avec une épaisseur élevée. La zone où le colmatage est moins épais correspond à celle où la vitesse est élevée et non la turbulence. Il semble donc que dans le premier canal, la vitesse ait plus d'influence sur le colmatage que l'énergie cinétique de turbulence.

Ces comparaisons ont aussi été effectuées dans le canal 2 sur les profils 2.1 et 2.4 et sont présentées dans la Figure II.18.

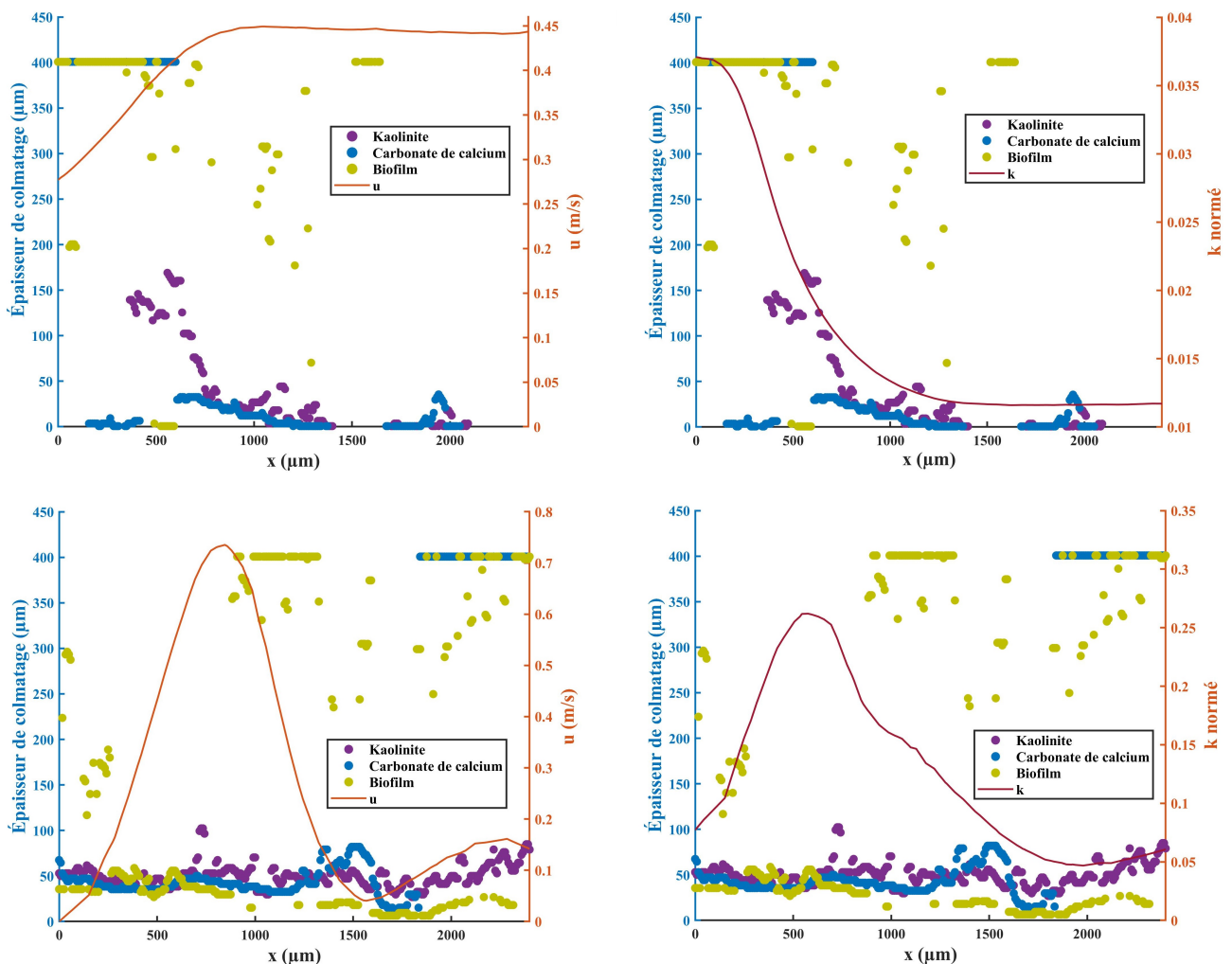


FIGURE II.18 – Comparaison du colmatage sur le profil 2.1 avec (a)  $u$  et (b)  $k$  normé. Idem sur le profil 2.4 ((c) et (d) respectivement).

Dans le cas du canal 2, l'observation des Figures II.18a et II.18c indique aussi que là où la vitesse est plus élevée, l'épaisseur de colmatage est plus faible. Dans la première chicane, une vitesse supérieure à 0,4 m/s limite la formation des trois types de colmatage. Mais suivant le profil 2.4, une vitesse supérieure à 0,2 m/s semble déjà limiter les colmatages par kaolinite et par carbonate de calcium. Le biofilm semble pouvoir se développer à une vitesse de 0,7 m/s dans cette zone.

D'après la Figure II.18d, une turbulence élevée pourrait aussi limiter la formation de colmatage. Contrairement aux observations sur le canal 1, ici la turbulence et la vitesse semblent influencer l'épaisseur de colmatage. L'épaisseur de biofilm est limitée pour une valeur de  $k$  normé de 0,2. Sur le colmatage biologique en particulier dans cette zone, la turbulence semble être plus limitante que la vitesse d'écoulement. Au niveau de l'entrée (Figure II.18b), la turbulence est faible, comme explicité précédemment. Il est donc difficile de conclure sur l'effet de la turbulence dans cette zone. Cependant, la tendance d'épaisseur de colmatage par kaolinite semble suivre celle de la turbulence. Cela pourrait signifier qu'une valeur de  $k$  normé de l'ordre de 0,02 favorise la formation de colmatage par kaolinite dans cette zone. Mais il faudrait vérifier cette hypothèse car ces observations sont insuffisantes pour la valider.

Il semble donc que dans le cas d'un écoulement avec un nombre de Reynolds de 400, le colmatage est corrélé à la vitesse et à la turbulence. Avec un nombre de Reynolds de 300, la vitesse semble plus influente que la turbulence. Comme vu dans la section II.2.5, l'énergie cinétique de turbulence est plus élevée dans le second canal en raison d'une vitesse d'écoulement plus élevée. L'influence de la turbulence dans le canal 2 semble indiquer qu'en présence de turbulence élevée, celle-ci influence le colmatage. Il semble donc qu'une valeur minimale de turbulence soit nécessaire pour limiter la formation de colmatage. Ces observations sont cohérentes avec celles de [Lequette et al. \(2020\)](#). Leurs travaux ont montré que le colmatage était plus important lorsque le nombre de Reynolds était plus faible. Un nombre de Reynolds élevé induit une énergie cinétique de turbulence plus élevée qui peut influencer le colmatage comme observé ici.

## II.6 Conclusions et perspectives

Le lien entre l'écoulement au sein de la cellule millifluidique et le colmatage a été présenté dans ce chapitre. La modélisation de l'écoulement a mis en évidence l'existence de deux zones d'écoulement : un écoulement principal à vitesse élevée et des zones à faible vitesse d'écoulement. Les zones où la vitesse et la turbulence sont faibles sont des zones de recirculation. Mais certaines zones présentent une vitesse faible et une turbulence élevée.

L'étude des trois types de colmatage testés montre que leur localisation au sein des canaux est comparable. Le colmatage se développe principalement dans les chicanes et moins au niveau de l'écoulement principal. En revanche, pour tous les types de colmatage, on retrouve un dépôt sur la face supérieure du canal. Ce phénomène est difficile à expliquer car la rugosité de la face supérieure est plus faible que celle du fond du canal et donc le colmatage devrait se former plutôt au fond. L'étude des évolutions d'épaisseurs a renseigné sur les mécanismes de colmatage. La kaolinite semble former des agrégats comme attendu, causant une évolution rapide de l'épaisseur de colmatage mais qui sont sujets à des phénomènes de détachement. Le carbonate de calcium semble avoir un mécanisme de dépôt, entraînant une évolution lente mais constante du colmatage. Enfin, le biofilm nécessite environ 20 jours pour commencer à se développer dans ce cas. Ensuite, son évolution est rapide et atteint le haut du canal. Des phénomènes de détachement ont aussi été observés pour le biofilm. D'autre part, le biofilm couvre une surface importante du canal, y compris dans la zone d'écoulement principal mais avec une épaisseur faible.

Enfin, la comparaison locale des épaisseurs de colmatage et des paramètres hydrodynamiques permet de dégager des tendances. Le colmatage est globalement moins important dans le canal 2 qui a un  $Re$  de 400. Dans le canal 1 ( $Re=300$ ), la vitesse et l'énergie cinétique de turbulence ( $k$ ) sont plus faibles. Il semble que dans ce cas, une vitesse d'écoulement élevée ( $>0,3$  m/s) limite la formation de colmatage et la turbulence semble peu influencer le colmatage. Dans le canal 2 ( $Re=400$ ), la turbulence et la vitesse semblent avoir toutes deux un effet sur la localisation du colmatage. Un nombre de Reynolds élevé favorise la turbulence et cette turbulence pourrait avoir un impact sur le colmatage en plus de la vitesse. Ces hypothèses nécessiteraient plus d'essais pour être validées. Les propriétés anti-colmatage de la turbulence servent usuellement de base pour le design de goutteurs (Yang et al., 2020). Les résultats obtenus ici apportent des éléments de

confirmation expérimentale et permettent d'identifier une potentielle valeur limite de turbulence nécessaire pour éviter le colmatage.

Ces éléments permettent de mieux cerner les mécanismes de colmatage. L'étude de l'influence de la vitesse et de la turbulence par une modélisation de l'écoulement permet d'appréhender les zones du goutteur propices au colmatage. Connaître la localisation du colmatage au sein du labyrinthe est particulièrement intéressant pour positionner les équipements de mesure. L'observation du colmatage a été restreinte aux quatre premières chicanes dans ces travaux car il s'agit de celles les plus impactées par les phénomènes de colmatage. D'après les observations OCT, effectuer un suivi du colmatage sur les deux premières chicanes uniquement pourrait être suffisant pour permettre de détecter tous les types de colmatage dès leurs premières étapes de formation et agir en conséquence. Le suivi du colmatage dans cette étude présente encore quelques limites. Sur les matériaux inorganiques, la mesure OCT est moins performante que sur les biofilms mais reste intéressante. D'un point de vue opérationnel, cet aspect est important à prendre en compte : si la méthode de mesure utilisée ne permet pas de voir au travers du colmatage, la mesure de quantité de colmatage pourrait être erronée. Il convient donc de bien choisir le point d'observation du colmatage en fonction du type de colmatage principalement attendu d'une part et du type de mesure réalisé d'autre part. De plus, l'hétérogénéité du colmatage peut constituer un frein à sa mesure. L'OCT permet de réaliser des mesures avec une précision de quelques microns mais dans le cas d'une zone de mesure plus large, l'impact de ces variations locales d'épaisseur pourrait être important. Enfin, la corrélation entre colmatage et hydrodynamique permet de mieux cerner les effets de la vitesse et de la turbulence sur le colmatage. Mais d'autres paramètres pourraient être importants à prendre en compte comme le cisaillement par exemple. De plus, la formation de colmatage se fait usuellement sur les premières chicanes, il pourrait être intéressant d'identifier les changements hydrodynamiques dans la suite du canal qui limitent le colmatage. Des essais avec des conditions d'écoulement différentes pourraient aussi enrichir cette discussion. Enfin, l'utilisation de modèles de transport de particules pourrait offrir une perspective intéressante pour la compréhension des mécanismes de colmatage.

## **Chapitre III**

# **Évaluation du potentiel de la spectroscopie d'absorption pour la qualification et la quantification du colmatage**

## Préambule

L'introduction de ce manuscrit a montré le besoin de nouvelles méthodes pour la détection et la quantification du colmatage en irrigation au goutte-à-goutte. Pour répondre à ce besoin, l'utilisation de la spectroscopie d'absorption a été envisagée. Cette méthode a été utilisée pour l'étude de matériaux associés au colmatage en irrigation au goutte-à-goutte comme les particules issues du sol (argiles, limons et sables) (Adamchuk et al., 2004; Viscarra Rossel et al., 2006), les précipités de carbonate de calcium (Berho et al., 2004) ou encore les biofilms (Tidwell et al., 2015; Zimmerleiter et al., 2020).

Afin d'évaluer le potentiel de cette méthode, des échantillons constitués de matériaux colmatants (argiles, carbonate de calcium et sable) et d'eau ont été utilisés. Ces matériaux font partie de ceux pouvant engendrer du colmatage physique et chimique (Ait-Mouheeb et al., 2019; Rizk et al., 2017). Cette étude a porté uniquement sur des matériaux sous forme de particules afin de simplifier la préparation des échantillons. Ils ont été mis en présence d'eau pour : 1) retranscrire la présence d'eau dans un goutteur, même en arrêt de fonctionnement et 2) tester le potentiel de la spectroscopie d'absorption en présence d'eau. En effet, la présence d'eau a un effet sur les spectres d'absorption dans le visible et le proche infrarouge (Büning-Pfaue, 2003; Phelan et al., 1989) et il était nécessaire de tester cette méthode en prenant en compte cette contrainte. Les matériaux ont été placés dans une coupelle en verre avec une épaisseur d'échantillon variant entre 0 et 1 mm. Cette gamme a été choisie car usuellement les canaux des goutteurs ont une hauteur de l'ordre de 1 mm sur laquelle le colmatage peut se former (Lequette et al., 2020). Conserver cet ordre de grandeur permet donc de se rapprocher d'un contexte de mesure réel.

Des images OCT ont été acquises pour estimer l'épaisseur de matériau colmatant et servir de référence. L'OCT permet en effet d'estimer l'épaisseur d'un l'échantillon avec une précision de quelques microns. Des mesures de spectroscopie d'absorption en réflexion dans les gammes du visible et du proche infrarouge ont été acquises. Ces données ont été utilisées pour établir des modèles chimiométriques. Le modèle PLS-DA a été utilisé pour la discrimination des matériaux colmatants étudiés (Wold et al., 1984). Des modèles de PLSR ont été établis pour chaque matériau afin d'en estimer l'épaisseur (Geladi and Kowalski, 1986).

Ce chapitre est présenté sous un format article, en anglais, publié en septembre 2021 dans la

revue *Biosystems Engineering*. L'article est précédé d'une introduction rapide sur les principes des méthodes utilisées.

## Introduction à la spectroscopie d'absorption

La spectroscopie consiste en l'utilisation de spectres d'absorption pour une mesure physique ou chimique. Cela consiste à l'évaluation de l'intensité de rayonnement électromagnétique absorbée par un échantillon. Cette absorption est évaluée en fonction des longueurs d'ondes du signal émis et mesuré. La capacité d'un corps à absorber certaines longueurs d'ondes peut être modélisée par la loi de Beer-Lambert :

$$I = I_0 \times e^{-\mu \cdot \rho \cdot l} \quad (\text{III.1})$$

Avec :

- $I_0$  est l'intensité du signal envoyé sur l'échantillon pour une longueur d'onde.
- $I$  est l'intensité du signal reçu en sortie.
- $\rho$  est la masse volumique de l'échantillon.
- $l$  est la distance parcourue par l'onde au sein de l'échantillon.
- $\mu$  est le coefficient d'absorption, fonction de la longueur d'onde et de l'échantillon.

D'après cette loi, l'évaluation de l'absorption permet d'avoir des informations sur la composition de l'échantillon mais aussi sur la concentration des composants. En pratique, la spectroscopie peut être employée sous différentes configurations et à différentes longueurs d'onde. Deux configurations majeures de mesure sont courantes : la mesure en transmission et la mesure en réflexion. Dans le cas d'une mesure en transmission, le signal traverse l'échantillon de part en part. Pour une mesure en réflexion, c'est le signal réfléchi par l'échantillon qui permet d'évaluer la variation d'intensité d'absorption.

Dans le cadre de ce manuscrit, la spectroscopie d'absorption est utilisée en réflexion. En effet, dans le cas d'une mesure in situ, une mesure en transmission peut être plus difficile à mettre en œuvre. Dans cette étude, la plage de longueur d'onde couvre la lumière visible et le proche infrarouge (de 700 nm à 2200 nm). Plus de détails sur les choix et la mise en place de cette mesure sont disponibles dans l'article ci-dessous.

## Introduction à la chimiométrie

La chimiométrie est un ensemble de méthodes mathématiques et statistiques d'analyse de données multivariées. Ces méthodes peuvent être utilisées sur des jeux de données issus de différents contextes. Parmi ces méthodes, il y a -entre autres- des méthodes d'analyse, de régression, de discrimination et de prétraitement du signal.

L'utilisation de méthodes de chimiométrie est particulièrement répandue avec des données issues de spectroscopie d'absorption. Dans ce contexte, la chimiométrie est appliquée à résoudre des problèmes à la fois descriptifs et prédictifs. Dans les applications descriptives, les propriétés des systèmes chimiques sont modélisées dans le but de trouver les relations sous-jacentes et la structure du système. Cela permet d'obtenir des modèles permettant une meilleure compréhension des mécanismes. Dans les applications prédictives, les propriétés des systèmes chimiques sont modélisées dans le but de prédire de nouvelles propriétés ou un comportement spécifique d'intérêt.

Dans ce manuscrit, certaines de ces méthodes chimiométriques ont été utilisées pour :

- Quantifier l'épaisseur des échantillons de colmatage
- Discriminer la nature des échantillons
- Suivre l'évolution temporelle du colmatage (voir Chapitre **IV**)

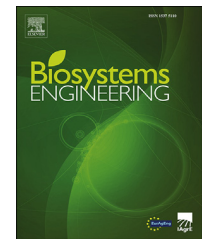
Ces résultats ont été obtenus à partir de l'utilisation de différentes méthodes chimiométriques sur les spectres d'absorption obtenus sur les échantillons de colmatage. Le détail des méthodes utilisées et de leurs algorithmes est présent dans l'article ci-dessous et dans le Chapitre **IV**.





Available online at [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com)

ScienceDirect

journal homepage: [www.elsevier.com/locate/issn/15375110](http://www.elsevier.com/locate/issn/15375110)

## Research Paper

# Potential of visible/near infrared spectroscopy coupled with chemometric methods for discriminating and estimating the thickness of clogging in drip-irrigation



Julien Petit <sup>a,b,\*</sup>, Nassim Ait-Mouheb <sup>a</sup>, Sílvia Mas García <sup>b</sup>, Maxime Metz <sup>b</sup>,  
Bruno Molle <sup>a</sup>, Ryad Bendoula <sup>b</sup>

<sup>a</sup> INRAE, UMR GEAU, University of Montpellier, 361 Rue Jean François Breton, 34090 Montpellier, France

<sup>b</sup> INRAE-SupAgro, UMR ITAP, 361 Rue Jean François Breton, 34090 Montpellier, France

## ARTICLE INFO

## Article history:

Received 16 April 2021

Received in revised form

8 July 2021

Accepted 11 July 2021

## Keywords:

Drippers

Physical and chemical clogging

Absorbance spectroscopy

Partial least squares regression (PLSR)

Partial least squares with discriminant analysis (PLS-DA)

Optical coherence tomography (OCT)

Drip irrigation is one of the most efficient irrigation techniques, but it is susceptible to dripper clogging. This study proposes a novel and non-destructive method based on visible and near infrared (Vis/NIR) spectroscopy coupled with chemometric methods for the discrimination and thickness estimation of physical and chemical fouling in drip-irrigation systems. Four representative materials linked to physical and chemical clogging (kaolin, bentonite, sand and calcium carbonate) at different thicknesses were selected to illustrate the potential of the approach. Partial least squares regression (PLSR) and its modification partial least squares with discriminant analysis (PLS-DA) were selected for the modelling of clogging materials. The PLS-DA model was able to predict with 96.97% accuracy all classes of materials. The PLSR models were able to estimate fouling thickness with relative prediction errors comprised between 134  $\mu\text{m}$  and 164  $\mu\text{m}$ . This difference appears mainly to be due to the physical properties of the selected materials. This prediction accuracy enabled the estimation of the clogging thickness between 10 and 21% of dripper channel coverage depending on the dripper channel section and the material under study. The proposed method offers an appropriate approach for clogging studies in drip irrigation systems that could be transferred to field applications.

© 2021 IAGrE. Published by Elsevier Ltd. All rights reserved.

## 1. Introduction

Drip irrigation can offer up to 90% application efficiency and is one of the most effective irrigation techniques (Camp, Lamm,

Evans, & Phene, 2000). It offers a high irrigation uniformity, which leads to improved crop yields (Wang, Gong, Di, Yu, & Zhao, 2013). In addition, drip irrigation is well adapted to using reclaimed water and for fertigation as it limits contact between irrigation water and the plant (Lamm, Ayars, &

\* Corresponding author. INRAE, UMR GEAU, University of Montpellier, 361 Rue Jean François Breton, 34090 Montpellier, France. Fax: +33 499612882.

E-mail address: [julien.petit@inrae.fr](mailto:julien.petit@inrae.fr) (J. Petit).  
<https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2021.07.013>

1537-5110/© 2021 IAGrE. Published by Elsevier Ltd. All rights reserved.

Nomenclature	
CR	classification rate
LV	latent variables
MIR	mid-infrared
NIR	near infrared
OCT	optical coherence tomography
PLS	partial least squares
PLS-DA	partial least squares with discriminant analysis
PLSR	partial least squares regression
RMSEC	root mean square error in calibration
RMSECV	root mean square error in cross-validation
RMSEP	root mean square error in prediction
SG	Savitzky–Golay
SNV	standard normal variate
UV	ultra violet
Vis	visible

Nakayama, 2006). However, drip irrigation emitters are prone to be clogged, which reduces both irrigation performance and uniformity (Lamm et al., 2006; Niu, Liu, & Chen, 2013).

There are three main types of emitter clogging: physical, chemical and biological (Bucks, Nakayama, & Gilbert, 1979; Adin & Sacks, 1991). Physical clogging is caused by the deposition of solid particles present in the irrigation water (clays, silts, fine sands) (Niu et al., 2013; Oliveira et al., 2017). Chemical clogging is associated with the precipitation of insoluble materials stemming from the reaction between cations ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  and  $\text{Fe}^{2+}$ ) and anions ( $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$  and  $\text{SO}_4^{2-}$ ) (Hills, Nawar, & Waller, 1989; Rizk, Ait-Mouheb, Bourrié, Molle, & Roche, 2017). Biological clogging is due to bacterial development that forms a matrix called a biofilm (Lequette, Ait-Mouheb, & Wéry, 2020; Qian et al., 2017; Yan et al., 2009). Moreover, these three clogging types can occur simultaneously, forming a more complex clogging, particularly for treated wastewater irrigation (Rizk, Ait-Mouheb, Molle, & Roche, 2019; Tarchitzky, Rimon, Kenig, Dosoretz, & Chen, 2013; Yan et al., 2009).

Depending on the main type of clogging observed, different maintenance operations should be performed (Lamm et al., 2006). Upstream filtration and hydraulic flushes are usually performed to prevent physical clogging (Puig-Bargués, Lamm, Trooien, & Clark, 2010), acid injections are used to avoid chemical clogging (Hills et al., 1989) and chlorination is the most common operation used to eliminate biological development (Lequette et al., 2021). Therefore, detecting and identifying these clogging types is crucial for drip irrigation system management. Clogging detection and identification under field conditions remains problematic. Only indirect methods based on emitters' discharge or drip lines pressure are used to estimate clogging development (Camargo, Molle, Tomas, & Frizzzone, 2014). However, these methods do not give information on the clogging nature and are unable to detect clogging at its early stages.

Concerning the function of the drippers used, internal flow channel depths generally vary between 800  $\mu\text{m}$  and 1330  $\mu\text{m}$

(Lequette et al., 2020; Yang et al., 2020), which significantly limits the number of methods that can be used to determine the fouling levels in situ. However, some methods that could cope with such scales appear in the literature. The electrical sensors studied by Pavanello et al. (2011) and Turolla, Di Mauro, Mezzera, Antonelli, and Carminati (2019) are suitable for detecting biofilm and calcium carbonate. Nevertheless, these sensors require deposition of the clogging material on a steel surface. These conditions do not accurately represent the clogging mechanisms found with plastic drip irrigation emitters. Vibration sensors, developed by Pereira, Mendes, and Melo (2008), are useful for biofilm detection, and the ultrasonic sensors proposed by Mizrahi et al. (2012) can detect calcium carbonate precipitates in membrane filtration. However, both these solutions are only suitable for one specific clogging material. The optical sensors developed by Mendret, Guigui, Schmitz, Cabassud, and Duru (2007) can quantify the thickness of the clogging material in membrane filtration. Nevertheless, this sensor is unable to discriminate the materials constituting the membrane clogging. Therefore, none of these devices are well suited for clogging studies in drip irrigation, and for the selection of a proper cleaning method such as chlorination or acid injections.

In this context, absorbance spectroscopy could be used for non-destructive and in situ measurements for dripper clogging detection in order to classify clogging type and to estimate fouling thickness. Indeed, Tarchitzky et al. (2013) have already highlighted the relevance of mid-infrared (MIR) spectroscopy for the analysis of biological and physical clogging. However, MIR equipment would not appear suitable for on-site application mainly because of its complexity and cost (Vissarra Rossel, Walvoort, McBratney, Janik, & Skjemstad, 2006; Haas & Mizaikoff, 2016). In the ultra violet/visible/near infrared (UV/Vis/NIR) region, spectroscopy can be used for low-cost in situ monitoring as was demonstrated by Zimmerleiter et al. (2020). Moreover, over the past few decades, the use of absorbance spectroscopy in the development of non-destructive, in situ, low-cost and rapid measurement has increased in different research areas such as water and soil science (Adamchuk, Hummel, Morgan, & Upadhyaya, 2004; Berho, Pouet, Bayle, Azema, & Thomas, 2004; VissarraRossel et al., 2006; Zimmerleiter et al., 2020). This technique is usually associated with models developed using chemometric methodologies to predict the characteristics of analysed samples.

In general, chemometric methods can be used to solve problems in qualitative/quantitative and discrimination analysis (Xie et al., 2015; Lopo, Teixeira dos Santos, Páscoa, Graça, & Lopes, 2018). Among them, partial least squares regression (PLSR) (Geladi & Kowalski, 1986) and its modification partial least squares with discriminant analysis (PLS-DA) (Wold et al., 1984) are the most commonly used. However, no chemometric works have been reported in the literature for the characterisation of clogging in drip irrigation systems.

In this work, PLS-DA is used to discriminate different types of clogging materials and PLSR to perform a thickness estimation of these clogging materials. The main goal of this study was to test the applicability of Vis/NIR spectroscopy combined with chemometric methods as a mean to detect the type and estimate the thickness of physical and chemical clogging in drip irrigation systems. For this purpose, four

clogging materials: kaolin, bentonite and sand (responsible for physical clogging) and calcium carbonate (responsible for chemical clogging), were tested.

The proposed methodology attempts to provide a method that could be potentially adapted to field conditions for acquiring knowledge of the clogging mechanism and their impact on drip emitters. This methodology could be used to plan maintenance operations and help to select the most suitable form of maintenance, and hence ensure functional and durable drip irrigation systems.

## 2. Material and methods

### 2.1. Samples preparation

The characteristics of the clogging materials used to prepare the samples in this study are summarised in [Table 1](#).

As can be seen in [Table 1](#), the studied materials represent both physical and chemical clogging. Clays and sand are associated with physical clogging ([Adin & Sacks, 1991](#); [Oliveira et al., 2020](#)) whilst calcium carbonate is a major component of chemical clogging ([Hills et al., 1989](#); [Rizk et al., 2019](#)). The two clays investigated (kaolin and bentonite) were chosen because they have different swelling properties ([Luckham & Rossi, 1999](#)), and thus have different impacts on dripper clogging ([Ait-Mouheeb et al., 2019](#); [Oliveira et al., 2020](#)).

In order to prepare the samples, the clogging material was placed in a 40-mm diameter and 12-mm high cylindrical glass cup. Samples were constituted using one clogging material among the four tested. Different thicknesses of clogging material were prepared ranging from 50  $\mu\text{m}$  to 1000  $\mu\text{m}$  with theoretical steps depending on the particle size of the clogging material (<10  $\mu\text{m}$  for clays and calcium carbonate and >50  $\mu\text{m}$  for sand). Solutions containing clogging material and demineralised water were prepared at different volume concentration to constitute different thicknesses after decantation. The solution was added to the cup so that the total height of the sample reached approximately 1000  $\mu\text{m}$ . This sample height was chosen to imitate the channels dimensions of the drippers (between 800  $\mu\text{m}$  and 1330  $\mu\text{m}$ ). Optical coherence tomography (OCT) images were used to obtain the thickness reference value of the prepared samples. Three Vis/NIR spectra around 2 mm diameter were acquired on each sample. A total of 94 spectra corresponding to samples with different thicknesses were analysed: 31 from kaolin, 23 from bentonite, 31 from calcium carbonate and 9 from sand. The difference in number of samples for each material is caused by the particle size for sand and by the swelling properties for bentonite that limited the number of samples with different thicknesses.

### 2.2. OCT image measurement

#### 2.2.1. Image sampling and analysis

For each sample, three-dimensional OCT measurements were acquired using a Thorlabs GANYMEDE II OCT (LSM03 lens, lateral resolution: 8  $\mu\text{m}$ ; Thorlabs GmbH, Lübeck, Germany). The axial voxel size in water ( $n = 1.333$ ) of GANYMEDE II was 2.1  $\mu\text{m}$  and the central wavelength was 930 nm. The OCT acquisition covers an area of 0.74  $\text{cm}^2$  that was centred according to the area of spectral acquisition.

#### 2.2.2. Image processing

Firstly, 3-D OCT datasets were processed in Fiji (running on ImageJ version 1.50 b, [Schindelin et al., 2012](#)). Secondly, an in-house code was used to detect the pixels associated with the fouling particles using MATLAB R2018r (MathWorks, Natick, MA, USA, version 2018b). A threshold (adapted to all datasets) was applied to binarise the dataset and the region above the threshold intensity losses during simple penetration. The intensity contrast between the fouling pixels and the remaining parts (water) was deliberately high to facilitate allocation of these last areas to the back-ground (black). Thus, in the studied OCT acquisitions, the threshold values vary between 0 and 60 with noise intensity of between 0 and 15 (water) and a signal related fouling of between 25 and 60. In addition, suspended solids and outliers were removed by applying the 'clean and majority functions' of MATLAB.

In order to represent the spectral acquisition spot, the obtained OCT image was cropped to obtain a 2-mm-by-2-mm square surface. For each sample, the thickness value was calculated by averaging the thickness over this 4-mm<sup>2</sup> area. Next, a standard deviation was also calculated for each sample, which represents thickness variations in the area covered by the spectral acquisition.

### 2.3. Spectroscopy measurement

To assess the composition and the clogging thickness of the sample, absorbance spectroscopy was used. [Figure 1](#) shows the schematic diagram of the spectroscopy system. A tungsten-halogen source (Ocean Optics HL-200-FHSA) was coupled with a 910  $\mu\text{m}$  core diameter optical fibre (Thorlabs FG910LEC, NA 0.22, Thorlabs, Newton, NJ, USA) and a biconvex lens (Thorlabs LB1723-B,  $f = 60$  mm,  $d = 50.8$  mm), forming a  $\approx 2$  mm spot on the surface of the sample. The distance between the lens and the sample was equal to 5 cm. The sample backscattered light was collected using a biconvex lens (Thorlabs LB1092,  $f = 15$  mm,  $d = 12.5$  mm), coupled with a 910  $\mu\text{m}$  core diameter optical fibre (Thorlabs FG910LEC, NA 0.22). This fibre was connected to a spectrometer (LabSpec1, ASD Boulder, CO, USA). The spectral range of measurement

**Table 1 – Characteristics of the clogging materials used.**

Sample	Particle size	Clogging type	Origin
Kaolin	<10 $\mu\text{m}$	Physical	Honeywell Fluka, Charlotte, NC, USA
Bentonite	<10 $\mu\text{m}$	Physical	VWR, part of Avantor, Radnor, PA, USA
Sand Fontainebleau	50 $\mu\text{m}$ –300 $\mu\text{m}$	Physical	VWR, part of Avantor, Radnor, PA, USA
Calcium Carbonate ( $\text{CaCO}_3$ )	<10 $\mu\text{m}$	Chemical	Fisher Scientific, Loughborough, Leics, UK

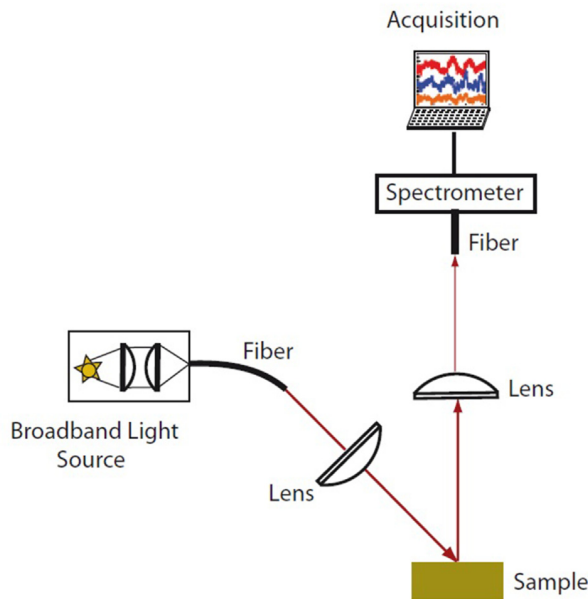


Fig. 1 – Schematic diagram of the spectroscopy system.

extended from 700 nm to 2200 nm with a 1 nm step, and a resolution of 3 nm for the range 700 nm–1000 nm and 10 nm for the range 1000 nm–2500 nm. A constant angle of 40° was maintained between the excitation and collection arms. This angle was chosen to optimise the intensity of the reflected beam and to avoid specular reflection.

For each sample, the intensity of the reflected light ( $I(\lambda)$ ) was measured. Dark current ( $I_n(\lambda)$ ) i.e. signal without light, was recorded from all measured spectra and then subtracted. A white reference (SRS99, Spectralon®) ( $I_0(\lambda)$ ) was measured to standardise spectra and prevent nonlinearities of all the instrumentation components (light source, lens, fibres and spectrometer). From these measurements, a reflectance ( $R(\lambda)$ ) was calculated for each sample, as follows:

$$R(\lambda) = \frac{I(\lambda) - I_n(\lambda)}{I_0(\lambda) - I_n(\lambda)} \quad (1)$$

## 2.4. Data analysis

### 2.4.1. Spectral pre-processing

The recorded signal could be distorted by scattering effects due to the presence of particles, of different sizes, in the measured media. Data pre-processing is usually required to enable the extraction of chemical/physical information and attenuate undesirable signal contributions. In the present work, spectra were first centred by subtraction of the arithmetic mean. Next, commonly used method for spectral pre-processing were applied: Savitzky–Golay (SG) (Savitzky & Golay, 1964) and combination of SG with standard normal variate (SNV) scaling (Barnes, Dhanoa, and Lister (1989)).

SG is a digital filter that uses the linear least squares technique for data smoothing. The smoothing parameters include the size of smoothing window and the polynomial degree. These parameters are selected so that the smoothing process

retained the spectral features contained in the original spectra. Applying SNV, the individual mean value is subtracted from each spectrum and the result is divided by the standard deviation over all variables for the given sample. Consequently, scattering effects on the measurement were reduced.

### 2.4.2. Chemometrics

The main goal was to build multivariate models able to predict the class-type ( $y$  response variables), and to estimate the thickness of clogging materials as a function of measured spectra ( $X$  block of predictor variables). PLSR and its modification PLS-DA were selected for the modelling of clogging materials.

PLSR (Geladi & Kowalski, 1986) was used to estimate the thickness of the different clogging materials investigated in this study. This regression technique consists in using an appropriate set of latent variables (LVs) to describe the maximum correlation between the predictors and response variables, whereas PLS-DA was applied to discriminate between the different types of clogging materials. This method (Wold et al., 1984) finds the components or LVs, and seeks to optimally discriminate different groups of samples (clogging materials) from their spectra ( $X$  block), according to their maximum covariance with a target class defined in the  $y$  data block. Once the PLSR and PLS-DA models are built and validated, they can be used to predict the clogging thickness and the class-type of unknown samples, respectively.

Before using the above-mentioned methods, the dataset was divided into two sets of samples: training and independent test sets. The training sets were used to build and internally validate the models and, thus, should be comprised of representative samples. The test sets were left for external validation and were not used to build the models. To implement the PLSR models, the datasets of the different clogging materials were divided into a training and an independent test set with a ratio of 2/3 and 1/3 respectively as detailed in Table 2. This division was made assuring a similar distribution of thickness values in both sets. In the case of PLS-DA model the training sets associated to all four materials were merged to constitute the training set, and the same process was applied for the test set.

Cross-validation is a useful tool for internal model validation because it removes random sample subsets from the training set before building the model to be used to perform sub-validation tests where the samples used for validation were not used to construct the model. Cross-validation is also used to determine the number of latent variables needed to build the PLSR and PLS-DA models. The number of LVs to be included in the model is the result of a compromise between

Table 2 – Number of samples in the training and independent test set for each model.

Model	Number of samples		
	Training set	Test set	Total
PLS-DA (all samples)	61	33	94
PLSR on kaolin	20	11	31
PLSR on bentonite	15	8	23
PLSR on calcium carbonate	20	11	31



maximum efficacy and a minimum number of LVs. In the case of the PLSR models, the leave-one-out cross-validation was selected as a strategy to select the number of LVs. In this process, a single thickness value was used to internally validate the training model built with the remaining thickness values. This was repeated such that each thickness value in the original dataset was used only once as the validation data. For the PLS-DA model, one sample associated to each class (four samples in total) were used for internal validation. This step was repeated so that all samples from the largest class were used for cross-validation.

#### 2.4.3. Figures of merit

The following figures of merit have been calculated to evaluate and validate the PLSR models: root mean square error in calibration (RMSEC), root mean square error in cross-validation (RMSECV) and root mean square error in prediction (RMSEP) for PLSR. For the PLS-DA model, classification rates (CR) were calculated to evaluate and validate the model. The CR is the percentage of individuals that are attributed to their actual classes by the model. The confusion matrix was also calculated in PLS-DA for visualising classification results. A confusion matrix of classification indicates how many samples were classified in each class. It carries information about the predicted and actual classifications of samples, with each row showing the instances in an actual class, and each column representing the instances in a predicted class.

All calculations were performed using R software (R Core Team, 2017), using the *rnirs* package (Lesnoff, 2021) for calculation and the *ggplot2* (Wickham, 2009) and *gridExtra* (Auguie, 2017) packages for figures production.

## 3. Results and discussion

### 3.1. Visual observation of absorbance spectra

The raw spectra from the samples of each studied material at the different clogging thickness are presented in Fig. 2.

Two relevant peaks around 1450 nm and 1950 nm were observed in all spectra. These peaks can be attributed to the first overtone of the O–H stretching vibration and the combination of the O–H stretching and H–O–H bending vibrations of water spectrum respectively (Büning-Pfaue, 2003; Phelan, Barlow, Kelly, Jinguji, & Callis, 1989). No other relevant spectral signatures were observed, indicating that water has a major impact on these spectra. According to Ben-Dor and Banin (1995) and Xie et al. (2015), clay materials such as kaolin and bentonite show absorbance peaks of approximately 1400, 1850, 1900, 2090, 2200 and 2500 nm and calcium carbonates show peaks at 1450, 1650 and 2300 nm. However, the water bands cover these wavelengths, making it impracticable the visually observe the characteristic spectral signatures of clays and calcium carbonates.

A difference in global spectrum intensities was observed for all clogging materials. This difference is a clear indication of scattering effects. These effects were more significant in kaolin and calcium carbonate samples. Kaolin and calcium carbonate structures are scarcely influenced by the presence of water. Therefore, their particles could reflect light, thus engendering

strong scattering effects. Conversely, bentonite is a swelling clay (Luckham & Rossi, 1999) and thus, its structural properties significantly change in the presence of water. When bentonite swells, it usually form a very homogenous structure that is less sensitive to scattering effects. Finally, sand in water decant to form a uniform layer that may account for the absence of significant scattering effects in its spectra.

A strong background noise caused by the strong absorption of water around 1450 nm and in the 1800–2200 nm region was observed in all spectra. Since the noise and the scattering effects before observed are usually detrimental for further modelling, the data was pre-processed as discussed in section 2.4.1.

A Savitzky–Golay filter was used to reduce noise. For all samples, the smoothing window was set at 5 nm to keep the original shape of the spectra and a second order polynomial was used for calculation. For calcium carbonate, SNV was applied after the SG filter to reduce the scattering effect. The SNV method was not used on kaolin spectra because most of the scattering effects were corrected after centring the spectra. After pre-processing, the global shapes of the spectra were retained, as only the noise and the scattering effects were reduced (see Fig. 3).

As stated above, visual inspection of those spectra was insufficient to discriminate between the different types of clogging materials due to the significant impact of water on their spectra. Therefore, multivariate analysis methods were required to predict the nature of these clogging materials. Moreover, these methods will also help estimate the clogging thickness of these materials when coupled with the thickness measurements obtained using OCT images.

### 3.2. Discrimination between the different types of clogging material using PLS-DA

As mentioned previously, PLS-DA was performed to discriminate the four clogging materials studied: kaolin, bentonite, calcium carbonate and sand. The classification rate (CR) is used as a quality criterion of the developed model (see section 2.3 for more detailed information about model evaluation and model development). Nine LVs were chosen, giving the highest CR value (92.06%) after internal cross-validation.

Once the optimal number of LVs was selected, the calculation of the PLS-DA model on the entire training set was carried out selecting nine LVs. In Table 3, figures of merit obtained with the training set and in cross-validation are collected. All clogging materials were correctly classified into their corresponding classes with an accuracy rate of over 92% in both calibration and cross-validation. The CR was lower in cross-validation than the one obtained with the training set. As the cross-validation step is performed using a leave-one-out algorithm, it would appear that some specific samples in the training set were not well handled by the model.

Although these results with high CR in training and cross-validation appear encouraging, the true predictive performance of the model requires assessment using an independent test set. Figures of merit from the independent test set confirm the same classification performance (see Table 3) with a CR of 96.97%. The CR of the independent test set is higher than the cross-validation CR indicating that the samples in the independent test set are generally well discriminated by the

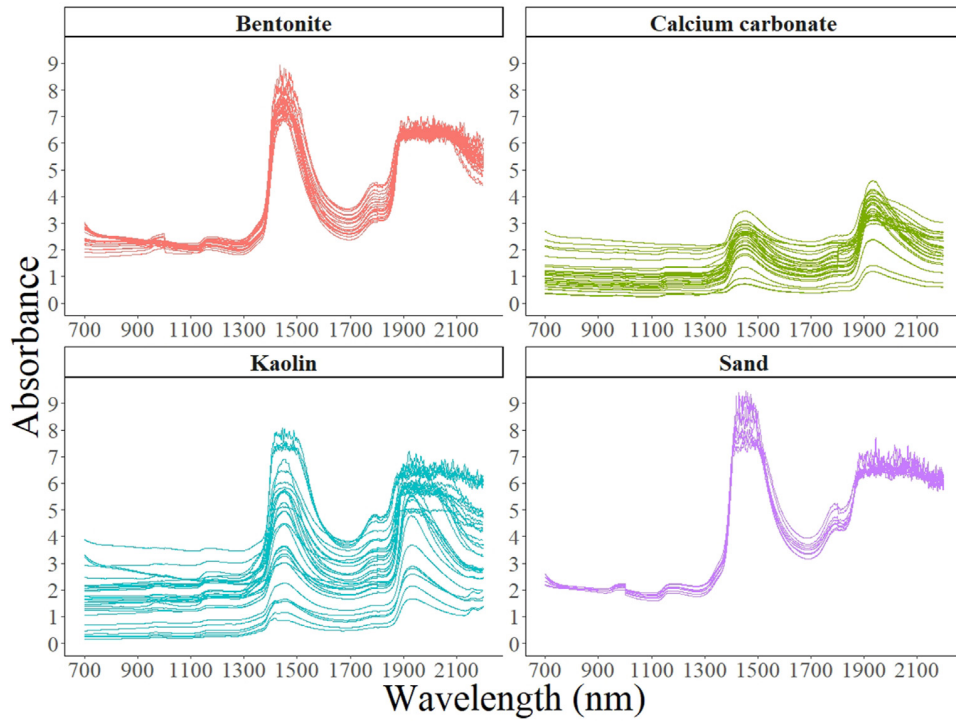


Fig. 2 – Raw absorbance spectra of samples of kaolin, calcium carbonate, bentonite, and sand at different clogging thicknesses.

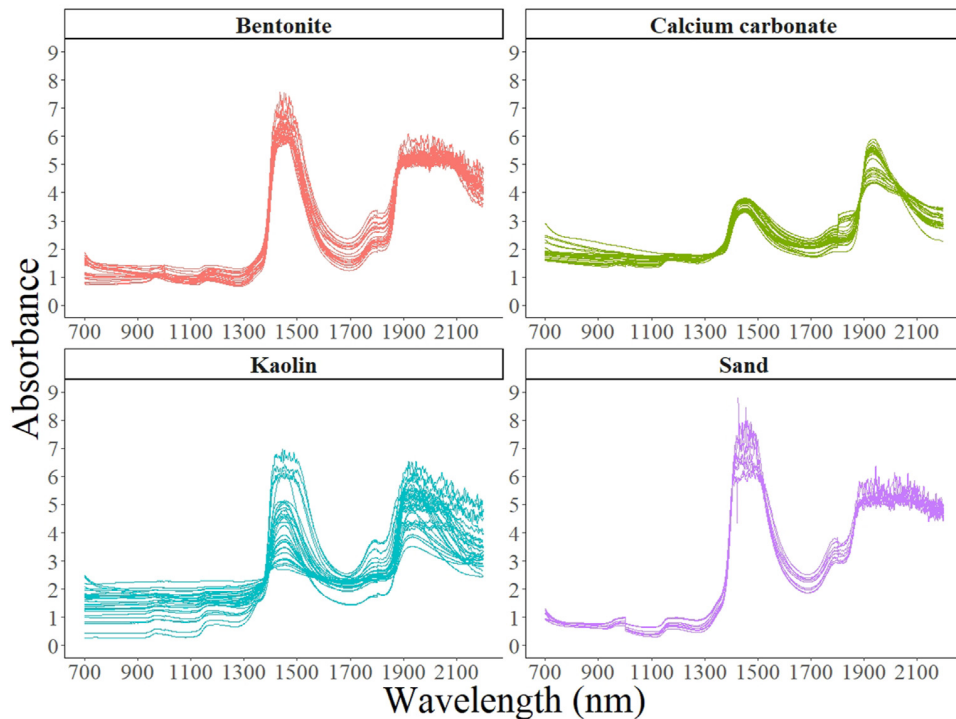


Fig. 3 – Pre-processed absorbance spectra of samples of kaolin, calcium carbonate, bentonite, and sand at different clogging thicknesses.

**Table 3 – Classification rates (CR) of PLS-DA model calculations.**

LV	Training set CR (%)	Cross-validation CR (%)	Test set CR (%)
9	98.41	92.06	96.97

model compared to some samples in cross-validation. Classification results obtained in the test set are satisfactory compared to those obtained in the literature: Xie et al. (2015) and Lopo et al. (2018) obtained CR of 90% when discriminating clays, sand and calcium carbonate in soil samples. This means that the PLS-DA model can be considered suitable for sample classification for the four studied classes.

Furthermore, it is remarkable that almost all samples are correctly classified in their corresponding classes, as can be identified in the confusion matrix of clogging class prediction (see Table 4).

It can be observed that only one kaolin sample was not well classified, as it is mistakenly attributed to the calcium carbonate class. This confusion could be attributed to the fact that these two classes show similar spectra, especially in the 1700 nm–2200 nm region (see Figs. 2 and 3). No misclassification between kaolin and bentonite clays was observed. Bentonite is known to be a swelling clay and kaolin a more inert clay. Therefore, since the samples contain water, the swelling properties of bentonite appear to make a difference in the spectra and thus in the prediction model. The two clays have a different impact on dripper clogging (Ait-Mouheeb et al., 2019; Oliveira et al., 2020), and being able to discriminate between the two is of major interest for clogging studies. Similarly, the ability to discriminate chemical materials such as calcium carbonate from physical materials is of great interest in drip irrigation. Moreover, the presence of water in all samples and its effect on the spectra does not seem to alter the discrimination ability of this model. This aspect is also important for further application on drip irrigation where the equipment always contains water, even when it is no longer in operation (Tarchitzky et al., 2013).

In conclusion, these figures of merit demonstrate that this analysis strategy can be applied to complex multi-class problems related to clogging research. It should be mentioned that the number of samples were limited, and larger datasets would be required to build more robust PLS models. In particular, the number of sand samples was not sufficient to consider the model efficient for classification of sand samples. Nevertheless, the model presented appears to be very efficient in predicting the clogging nature among the four studied materials. These results are very encouraging regarding the potential of Vis/NIR

spectroscopy in combination with PLS-DA models to differentiate this type of materials. Therefore, this methodology can be proposed as an effective tool for the comprehensive study of clogging monitoring. Furthermore, this approach could also be useful for the maintenance of drip irrigation systems as it would help to select the most suitable cleaning protocol depending on the clogging type detected (Lamm et al., 2006).

### 3.3. Estimation of clogging material thickness with PLSR

This section shows the results of the PLSR models for estimating the clogging thickness of the studied materials. PLSR method was not applied to sand due to the limited number of available sand samples.

#### 3.3.1. Thickness measurements

As explained in section 2.2, the average thickness and its standard deviation were calculated for each sample. The thickness of the clogging materials in the different samples measured with OCT ranging between 80  $\mu\text{m}$  and 1050  $\mu\text{m}$ . The deviation in thickness measurements should be taken account when evaluating the predictive accuracy of PLSR models.

#### 3.3.2. PLSR results

Individual PLSR models were developed for each clogging material. The number of LVs chosen and the figures of merit associated to the calibration (training set), cross-validation and prediction (independent test set) are shown in Table 5 (see section 2.4.3. for more details about figures of merit for PLSR).

For the bentonite and calcium carbonate models, the RMSEC and RMSECV were close, so the models show stability. For kaolin, the difference is higher as the data may have outlier spectra and the robustness of the model may be lower. For the

**Table 5 – Figures of merit of the calibration and validation steps of the PLSR models developed for thickness estimation of kaolin, bentonite, calcium carbonate and sand deposits.**

Class	LVs	Training set	Cross-validation	Test set
		RMSEC <sup>a</sup> ( $\mu\text{m}$ )	RMSECV <sup>b</sup> ( $\mu\text{m}$ )	RMSEP <sup>c</sup> ( $\mu\text{m}$ )
Kaolin	4	186	274	159
Bentonite	2	121	180	132
Calcium carbonate	4	91	154	164

<sup>a</sup> Root mean square error in calibration.

<sup>b</sup> Root mean square error in cross-validation.

<sup>c</sup> Root mean square error in prediction.

**Table 4 – Confusion matrix of clogging class prediction (33 individuals).**

n = 33		Predicted classes				Well predicted classes (%)
		Kaolin	Bentonite	Calcium carbonate	Sand	
Actual classes	Kaolin	10	0	1	0	90,9%
	Bentonite	0	8	0	0	100%
	Calcium carbonate	0	0	11	0	100%
	Sand	0	0	0	3	100%



three different materials, the number of LVs was low, indicating that the variability between the samples –caused by variations in thickness – is well handled by the models, and that the models were therefore robust.

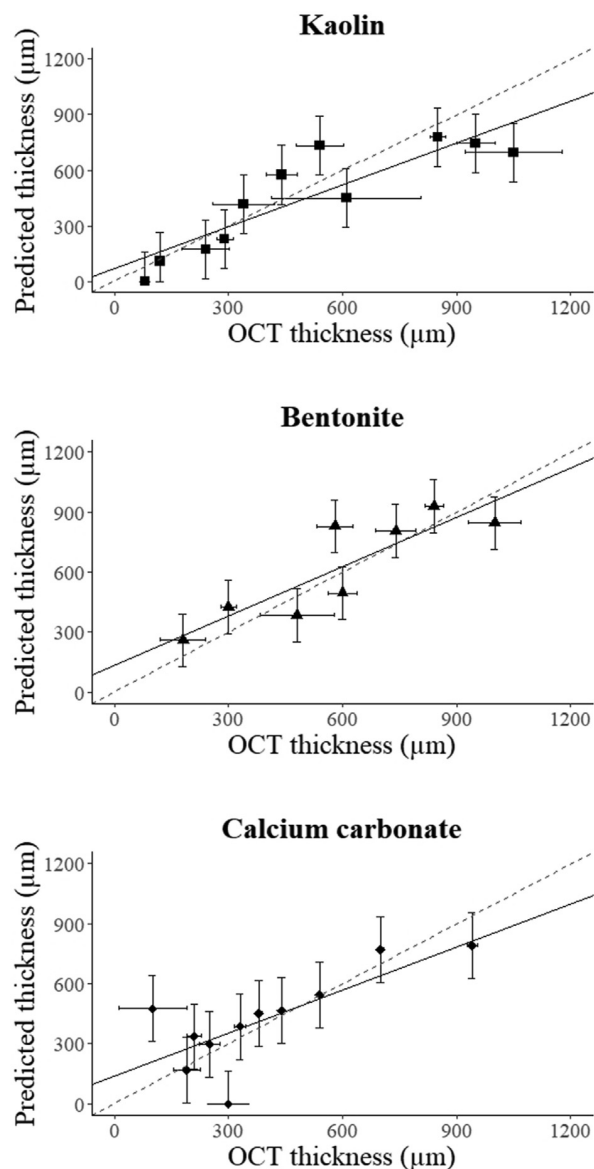
Once a model was developed, it was applied to the independent test set. The RMSEP values indicate the prediction error of the model. For all samples, the values of RMSEC and RMSEP were close, indicating that the models were stable. In this study, dripper channel depths ranged between 800  $\mu\text{m}$  and 1330  $\mu\text{m}$  (Lequette et al., 2020; Yang et al., 2020), thus the obtained RMSEP values represent between 10 and 21% of the channel height. This means that the current PLSR models can detect and estimate clogging thickness starting at 10% or 21% of clogging depending on the clogging nature and the size of the dripper channel. At such early stages of clogging development, it is nearly impossible to detect the clogging as the discharge of the emitters does not vary (Lequette et al., 2021; Oliveira et al., 2020), and that makes current clogging estimation based on discharge measurement inefficient. Therefore, this method could allow early clogging detection, and thus greatly help in planning maintenance operations.

For all clogging materials, the predicted thickness values obtained with the PLSR models were close to the observed values (see Fig. 4). For kaolin, the deviation between the regression line and the identity line was greater for thicknesses  $>500 \mu\text{m}$ . This indicates that kaolin thickness predictions tend to be less accurate for medium and high thicknesses. This may be caused by the low number of samples with high thicknesses in the training set. For bentonite, the prediction seems to be accurate for all thicknesses. However, for this material, the number of spectra is lower, thus reducing the possibility of incorrect prediction. Then, for calcium carbonate, two samples with thicknesses of below 300  $\mu\text{m}$  are far from the identity line, indicating a significant difference between prediction and OCT measurements. It is remarkable that these samples have a high deviation on thickness measurement with OCT. Thus, a high heterogeneity in sample thickness have a negative effect on the thickness predicted using this model.

The ability of the PLSR models to predict the thickness of kaolin, bentonite and calcium carbonate in the presence of water based on Vis/NIR absorbance spectra is encouraging. Increasing the number of samples in the training set would improve the robustness of the models and lead to more accurate thickness estimation. Indeed, increasing the number of samples would reduce the prediction error and thus clogging detection limits. The presence of water does not seem to have a significant effect on thickness prediction, and this confirms the relevance of this method for drip irrigation. Therefore, the use of spectroscopy coupled with multivariate analysis for clogging thickness estimation seems to be a very promising method. However, a larger number of samples is required to obtain better results.

To summarise, the combination of Vis/NIR spectroscopy and chemometric methods has proven to be efficient at detecting and distinguishing the studied materials. However, some further aspects should be taken into consideration to guarantee its feasibility in field applications.

In future works, the physical size of the spectral measurement sensor must be reduced to better fit emitter dimensions. Presently, the spectra acquisition covers an area of



**Fig. 4 – Thicknesses measured using OCT vs predicted thicknesses obtained using the PLSR models on kaolin, bentonite, calcium carbonate and sand in the independent test set. Regression line (black) and identity line (red) are shown. Error bars are obtained from the standard deviation in OCT thickness and from the RMSEP values for predicted thickness.**

4 mm<sup>2</sup> and is therefore too large for a real application. The location of the measurement should be also considered as clogging is always a heterogeneous phenomenon that is highly dependent on channel design. Moreover, the detection of biological clogging still requires investigation. This cause of clogging is widely observed when treated wastewater is used (Tarchitzky et al., 2013; Rizk et al., 2019; Lequette et al., 2020) and with surface water as the presence of physical and chemical clogging can favour the attachment of biofilm in the dripper.

#### 4. Conclusions

This work confirms the potential of Vis/NIR spectroscopy combined with chemometric methods for clogging studies related to drip irrigation systems. PLSR and PLS-DA methods proved to be useful tools for the detection and the discrimination of four clogging materials associated to physical and chemical clogging. The established PLS-DA model was able to predict with 96.97% accuracy the clogging type from among the four studied materials. Results from PLS models showed that clogging thickness can be estimated when at least 10%–21% of the total depth of the dripper channel is filled with clogging material. These results are promising as they could be used to define a threshold above which the user can be notified that they should launch a maintenance operation. This is a service that no method currently offers.

The conclusions reached in this work justify further efforts in evaluating the feasibility of this approach in the field. Nevertheless, Vis/NIR spectroscopy spectra coupled with the proposed chemometric analysis methods has already proven to be a valuable tool for the monitoring of clogging in drip irrigation systems from a control perspective.

#### Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

#### Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge the financial support of INRAE Montpellier and Region Occitanie. We also wish to thank the people working in the optical and biochemical laboratories at INRAE Montpellier.

#### REFERENCES

- Adamchuk, V. I., Hummel, J. W., Morgan, M. T., & Upadhyaya, S. K. (2004). On-the-go soil sensors for precision agriculture. *Computers and Electronics in Agriculture*, 44(1), 71–91. <https://doi.org/10.1016/j.compag.2004.03.002>
- Adin, A., & Sacks, M. (1991). Dripper-clogging factors in wastewater irrigation. *Journal of Irrigation and Drainage Engineering*, 117(6), 813–826. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)0733-9437\(1991\)117:6\(813\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9437(1991)117:6(813))
- Ait-Mouheb, N., Schillings, J., Al-Muhammad, J., Bendoula, R., Tomas, S., Amielh, M., et al. (2019). Impact of hydrodynamics on clay particle deposition and biofilm development in a labyrinth-channel dripper. *Irrigation Science*, 37(1), 1–10. <https://doi.org/10.1007/s00271-018-0595-7>
- Auguie, B. (2017). *gridExtra: Miscellaneous functions for "grid" graphics*. <https://CRAN.R-project.org/package=gridExtra>.
- Barnes, R. J., Dhanoa, M. S., & Lister, S. J. (1989). Standard normal variate transformation and de-trending of near-infrared diffuse reflectance spectra. *Applied Spectroscopy*, 43(5), 772–777. <https://doi.org/10.1366/0003702894202201>
- Ben-Dor, E., & Banin, A. (1995). Near-infrared analysis as rapid method to simultaneously evaluate several soil properties. *Soil Science Society of America Journal*, 59(2), 364–372. <https://doi.org/10.2136/sssaj1995.03615995005900020014x>
- Berho, C., Pouet, M.-C., Bayle, S., Azema, N., & Thomas, O. (2004). Study of UV-vis response of mineral suspensions in water. *Colloids and Surfaces*, 248(1–3), 9–16. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2004.08.046>
- Bucks, D. A., Nakayama, F. S., & Gilbert, R. G. (1979). Trickle irrigation water quality and preventive maintenance. *Agricultural Water Management*, 2(2), 149–162. [https://doi.org/10.1016/0378-3774\(79\)90028-3](https://doi.org/10.1016/0378-3774(79)90028-3)
- Bünning-Pfaue, H. (2003). Analysis of water in food by near infrared spectroscopy. *Food Chemistry*, 82(1), 107–115. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00583-6](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00583-6)
- Camargo, A. de, Molle, B., Tomas, S., & Frizzone, J. A. (2014). Assessment of clogging effects on lateral hydraulics: Proposing a monitoring and detection protocol. *Irrigation Science*, 32(3), 181–191. <https://doi.org/10.1007/s00271-013-0423-z>
- Camp, C. R., Lamm, F. R., Evans, R. G., & Phene, C. J. (2000). *Subsurface drip irrigation: Past, present and future*. In *Proceedings of the fourth decennial irrigation symposium* (pp. 363–372).
- Geladi, P., & Kowalski, B. R. (1986). Partial least-squares regression: A tutorial. *Analytica Chimica Acta*, 185, 1–17. [https://doi.org/10.1016/0003-2670\(86\)80028-9](https://doi.org/10.1016/0003-2670(86)80028-9)
- Haas, J., & Mizaikoff, B. (2016). Advances in mid-infrared spectroscopy for chemical analysis. *Annual Review of Analytical Chemistry*, 9(1), 45–68. <https://doi.org/10.1146/annurev-anchem-071015-041507>
- Hills, D. J., Nawar, F. M., & Waller, P. M. (1989). Effects of chemical clogging on drip-tape irrigation uniformity. *Transactions of the ASAE*, 32(4), 1202–1206. <https://doi.org/10.13031/2013.31135>
- Lamm, F. R., Ayars, J. E., & Nakayama, F. S. (2006). *Microirrigation for crop production: Design, operation, and management* (1st ed.). Amsterdam, Boston: Elsevier.
- Lequette, K., Ait-Mouheb, N., Adam, N., Muffat-Jeandet, M., Bru-Adan, V., & Wéry, N. (2021). Effects of the chlorination and pressure flushing of drippers fed by reclaimed wastewater on biofouling. *The Science of the Total Environment*, 758, 143598. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.143598>
- Lequette, K., Ait-Mouheb, N., & Wéry, N. (2020). Hydrodynamic effect on biofouling of milli-labyrinth channel and bacterial communities in drip irrigation systems fed with reclaimed wastewater. *The Science of the Total Environment*, 738, 139778. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.139778>
- Lesnoff, M. (2021). *R package mirs: Dimension reduction, regression and discrimination for chemometrics*. <https://github.com/mlesnoff/mirs>.
- Lopo, M., Teixeira dos Santos, C. A., Páscoa, R. N. M. J., Graça, A. R., & Lopes, J. A. (2018). Near infrared spectroscopy as a tool for intensive mapping of vineyards soil. *Precision Agriculture*, 19(3), 445–462. <https://doi.org/10.1007/s11119-017-9529-2>
- Luckham, P. F., & Rossi, S. (1999). The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions. *Advances in Colloid and Interface Science*, 82(1), 43–92. [https://doi.org/10.1016/S0001-8686\(99\)00005-6](https://doi.org/10.1016/S0001-8686(99)00005-6)
- Mendret, J., Guigui, C., Schmitz, P., Cabassud, C., & Duru, P. (2007). An optical method for in situ characterization of fouling during filtration. *AIChE Journal*, 53(9), 2265–2274. <https://doi.org/10.1002/aic.11257>
- Mizrahi, G., Wong, K., Lu, X., Kujundzic, E., Greenberg, A. R., & Gilron, J. (2012). Ultrasonic sensor control of flow reversal in RO desalination. Part 2 Mitigation of calcium carbonate

- scaling. *Journal of Membrane Science*, 419–420, 9–19. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2012.05.026>
- Niu, W., Liu, L., & Chen, X. (2013). Influence of fine particle size and concentration on the clogging of labyrinth emitters. *Irrigation Science*, 31(4), 545–555. <https://doi.org/10.1007/s00271-012-0328-2>
- Oliveira, F. C., Lavanholi, R., Camargo, A. de, Ait-Mouheb, N., Frizzzone, J. A., Tomas, S., et al. (2020). Clogging of drippers caused by suspensions of kaolinite and montmorillonite clays. *Irrigation Science*, 38(1), 65–75. <https://doi.org/10.1007/s00271-019-00652-4>
- Oliveira, F. C., Lavanholi, R., Camargo, A., Frizzzone, J. A., Ait-Mouheb, N., Tomas, S., et al. (2017). Influence of concentration and type of clay particles on dripper clogging. *Irrigation & Drainage Systems Engineering*, 6(1), 184–189. <https://doi.org/10.4172/2168-9768.1000184>
- Pavanello, G., Faimali, M., Pittore, M., Mollica, A., Mollica, A., & Mollica, A. (2011). Exploiting a new electrochemical sensor for biofilm monitoring and water treatment optimization. *Water Research*, 45(4), 1651–1658. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2010.12.003>
- Pereira, A., Mendes, J., & Melo, L. F. (2008). Using nanovibrations to monitor biofouling. *Biotechnology and Bioengineering*, 99(6), 1407–1415. <https://doi.org/10.1002/bit.21696>
- Phelan, M. K., Barlow, C. H., Kelly, J. J., Jinguji, T. M., & Callis, J. B. (1989). Measurement of caustic and caustic brine solutions by spectroscopic detection of the hydroxide ion in the near-infrared region, 700–1150 nm. *Analytical Chemistry*, 61(13), 1419–1424. <https://doi.org/10.1021/ac00188a023>
- Puig-Bargués, J., Lamm, F. R., Trooien, T. P., & Clark, G. A. (2010). Effect of dripline flushing on subsurface drip irrigation systems. *Transactions of the ASABE*, 53(1), 147–155. <https://doi.org/10.13031/2013.29513>
- Qian, J., Horn, H., Tarchitzky, J., Chen, Y., Katz, S., & Wagner, M. (2017). Water quality and daily temperature cycle affect biofilm formation in drip irrigation devices revealed by optical coherence tomography. *Biofouling*, 33(3), 211–221. <https://doi.org/10.1080/08927014.2017.1285017>
- R Core Team. (2017). R: A language and environment for statistical computing. <https://www.R-project.org/>.
- Rizk, N., Ait-Mouheb, N., Bourrié, G., Molle, B., & Roche, N. (2017). Parameters controlling chemical deposits in micro-irrigation with treated wastewater. *Journal of Water Supply: Research & Technology - Aqua*, 66(8), 587–597. <https://doi.org/10.2166/aqua.2017.065>
- Rizk, N., Ait-Mouheb, N., Molle, B., & Roche, N. (2019). Treated wastewater reuse in micro-irrigation: Effect of shear stress on biofilm development kinetics and chemical precipitation. *Environmental Technology*, 1–11. <https://doi.org/10.1080/09593330.2019.1625956>
- Savitzky, A., & Golay, M. J. E. (1964). Smoothing and differentiation of data by simplified least squares Procedures. *Analytical Chemistry*, 36(8), 1627–1639.
- Schindelin, J., Arganda-Carreras, I., Frise, E., Kaynig, V., Longair, M., Pietzsch, T., et al. (2012). Fiji: An open-source platform for biological-image analysis. *Nature Methods*, 9(7), 676–682. <https://doi.org/10.1038/nmeth.2019>
- Tarchitzky, J., Rimón, A., Kenig, E., Dosoretz, C. G., & Chen, Y. (2013). Biological and chemical fouling in drip irrigation systems utilizing treated wastewater. *Irrigation Science*, 31(6), 1277–1288. <https://doi.org/10.1007/s00271-013-0406-0>
- Turolla, A., Di Mauro, M., Mezzera, L., Antonelli, M., & Carminati, M. (2019). Development of a miniaturized and selective impedance sensor for real-time slime monitoring in pipes and tanks. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 281, 288–295. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2018.10.107>
- Viscarra Rossel, R. A., Walvoort, D. J. J., McBratney, A. B., Janik, L. J., & Skjemstad, J. O. (2006). Visible, near infrared, mid infrared or combined diffuse reflectance. *Geoderma*, 131(1–2), 59–75. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2005.03.007>
- Wang, J., Gong, S., Di, X., Yu, Y., & Zhao, Y. (2013). Impact of drip and level-basin irrigation on growth and yield of winter wheat in the North China Plain. *Irrigation Science*, 31(5), 1025–1037. <https://doi.org/10.1007/s00271-012-0384-7>
- Wickham, H. (2009). *ggplot2: Elegant graphics for data analysis*. <https://CRAN.R-project.org/package=gridExtra>.
- Wold, S., Albano, C., Dunn, W. J., Edlund, U., Esbensen, K., Geladi, P., et al. (1984). Multivariate data analysis in chemistry. In B. R. Kowalski (Ed.), *Chemometrics: Mathematics and statistics in chemistry* (pp. 17–95). Dordrecht: Springer International Publishing. [https://doi.org/10.1007/978-94-017-1026-8\\_2](https://doi.org/10.1007/978-94-017-1026-8_2).
- Xie, H., Zhao, J., Wang, Q., Sui, Y., Wang, J., Yang, X., et al. (2015). Soil type recognition as improved by genetic algorithm-based variable selection using near infrared spectroscopy and partial least squares discriminant analysis. *Scientific Reports*, 5(1), 1–10. <https://doi.org/10.1038/srep10930>
- Yan, D., Bai, Z., Rowan, M., Gu, L., Shumei, R., & Yang, P. (2009). Biofilm structure and its influence on clogging in drip irrigation emitters distributing reclaimed wastewater. *Journal of Environmental Sciences*, 21(6), 834–841. [https://doi.org/10.1016/S1001-0742\(08\)62349-9](https://doi.org/10.1016/S1001-0742(08)62349-9)
- Yang, B., Wang, J., Zhang, Y., Wang, H., Ma, X., & Mo, Y. (2020). Anti-clogging performance optimization for dentiform labyrinth emitters. *Irrigation Science*, 38(3), 275–285. <https://doi.org/10.1007/s00271-020-00671-6>
- Zimmerleiter, R., Leiss-Holzinger, E., Wagner, E., Kober-Rychli, K., Wagner, M., & Brandstetter, M. (2020). Inline biofilm monitoring based on near-infrared spectroscopy with ultracompact spectrometer technology. *NIR News*, 31(7–8), 9–13. <https://doi.org/10.1177/096033602097871>

## Discussion et conclusions

Cet article est le premier à présenter l'utilisation de la spectroscopie d'absorption pour la qualification et la quantification du colmatage.

En utilisant la méthode PLS-DA sur les spectres d'absorption obtenus, il est possible de discriminer la nature du matériau colmatant dans ce contexte simplifié. En effet, une précision supérieure à 90% a été obtenue sur la discrimination de spectre issus de kaolinite, bentonite, sable et précipités de carbonate de calcium.

L'utilisation de modèles de régression PLS permettent d'appréhender la quantité de matériau colmatant. Dans ce cas, l'épaisseur de colmatant a été déterminée avec une incertitude de l'ordre de 150  $\mu\text{m}$ . Cette précision semble encore insuffisante pour être pertinente en pratique mais permet d'ores et déjà d'assurer la détection du colmatage à partir de 150  $\mu\text{m}$  via la spectroscopie d'absorption d'une part et encourage à progresser dans l'exploration de cette méthode d'autre part.

Mais cette étude et cette approche présentent un certain nombre de limites :

- Les dimensions des goutteurs sont usuellement comprises entre 0,8 et 1,33 mm. Mais dans ce cas, l'acquisition spectrale couvre un spot ayant un diamètre de 2 mm. Pour être utilisable sur des goutteurs réels, les dimensions de la zone d'acquisition des spectres d'absorption doivent être a minima inférieures à la largeur du canal. De plus, les travaux d'[Ait-Mouheb et al. \(2019\)](#) et de [Oliveira et al. \(2020\)](#) montrent que le colmatage se fait dans les chicanes du canal. Pour être performante, il faudrait que la mesure puisse être localisée.
- En pratique, le colmatage ne forme pas une surface parfaitement plane comme dans les échantillons étudiés ici. Par conséquent la réduction de la zone d'acquisition pourrait permettre de limiter les effets des variations d'épaisseur de colmatage dans l'espace sur la mesure. L'utilisation de cette méthode sur des colmatages ayant des épaisseurs hétérogènes doit donc encore être évaluée.
- Les résultats n'ont pas été concluants sur les échantillons de sable car il était difficile en pratique de réaliser un grand nombre d'échantillons d'épaisseurs variées. En effet, l'épaisseur devait être comprise entre 0 et 1 mm et les particules de sable utilisées présentaient des diamètres de l'ordre de 50 à 100  $\mu\text{m}$ . Cela a rendu impossible l'établissement d'un modèle de régression par manque de données mais n'a pas empêché la discrimination de ce

matériau colmatant. L'utilisation de modèles PLSR, qui nécessitent beaucoup de données ne semble donc pas performante pour mesurer un colmatage par des particules de diamètre élevé. L'utilisation d'autres méthodes comme celle présentée dans le Chapitre IV peut être plus intéressante dans ce cas.

- Cette étude n'a pas pris en compte tous les matériaux pouvant causer du colmatage en irrigation au goutte-à-goutte. En particulier, le colmatage biologique devrait être étudié dans des études plus poussées. Des travaux ont déjà été réalisés sur l'étude de biofilms par spectroscopie d'absorption dans le domaine du proche infrarouge (Zimmerleiter et al., 2020) et via l'utilisation de spectromètre à transformée de Fourier (Tidwell et al., 2015). Mais des essais dans un contexte proche des goutteurs et dans ces gammes de longueurs d'onde doivent être réalisés pour tester le potentiel de l'approche sur ce point. De plus, d'autres matériaux issus des colmatages physiques (limons, sols...) et chimiques (précipités de magnésium...) pourraient être intéressants à tester.
- Ces travaux ont été réalisés avec de l'eau distillée. L'effet de l'eau a été évalué dans ce cas et ne semble pas être un frein à l'application de la méthode. Mais en pratique, les eaux d'irrigation peuvent avoir des compositions variées, en particulier dans le cadre de la REUT.

Cette étude avait donc pour objectif de tester le potentiel de la spectroscopie d'absorption pour l'étude du colmatage dans un contexte simplifié. Les résultats obtenus confirment ce potentiel : la discrimination et la quantification des matériaux testés présentent des résultats encourageants. De plus, l'effet de l'eau ne semble pas poser de problème majeur. L'application de cette méthode sur des cas plus proches de la réalité reste cependant nécessaire en raison de certaines limites. L'objet du chapitre suivant a donc été d'explorer l'utilisation de la spectroscopie d'absorption pour l'étude du colmatage dans un contexte de mesure plus proche de la réalité.

## **Chapitre IV**

**Suivi du colmatage par mesure spectrale  
couplée à des méthodes de chimiométrie.**



## Préambule

Le chapitre précédent a montré le potentiel de la spectroscopie d'absorption dans le domaine du visible et du proche infrarouge pour la qualification et la quantification de matériaux colmatants en présence d'eau et avec une épaisseur comprise entre 0 et 1 mm. Pour poursuivre la validation de l'approche, il est nécessaire d'utiliser cette méthode de mesure dans un contexte plus proche de la réalité.

Pour cela, une cellule millifluidique représentant un canal de goutteur a été utilisée. Cette cellule est composée de deux canaux en série ayant des dimensions différentes. Elle est équipée d'une paroi supérieure en verre qui permet l'accès optique. Ainsi, au cours de trois campagnes de colmatage (par kaolinite, par carbonate de calcium et par biofilm), des mesures OCT ont été réalisées pour localiser et quantifier le colmatage au sein du canal. Ces observations sont notamment celles qui sont discutées dans le Chapitre II de ce manuscrit. De plus, des spectres d'absorption dans le domaine de l'infrarouge ont été acquis sur le canal. Ici seules les longueurs d'ondes dans l'infrarouge ont été retenues pour des soucis techniques et car elles sont les principales sources d'information pour le colmatage. Le choix de la plage spectrale a permis d'avoir une zone d'acquisition ayant un diamètre de 100  $\mu\text{m}$ , ce qui est 20 fois inférieur à celui de l'étude présentée au Chapitre III. Ce diamètre permet donc de réaliser des mesures localisées au sein de la cellule millifluidique. Ainsi, 6 points d'acquisition ont été suivis sur chacune des 4 premières chicanes dans le canal 1 pour un total de 24 zones de suivi du colmatage. Les données spectrales ont ensuite été traitées par MCR-ALS pour déterminer une cinétique de colmatage au cours des 30 jours de suivi. La cinétique ainsi déterminée a été comparée aux mesures OCT de référence pour évaluer la performance de la méthode. Les spectres obtenus ont aussi permis de construire un modèle de PLS-DA permettant la discrimination des types de colmatage suivi.

Cette étude est présentée en deux parties dans ce manuscrit. La première partie couvre les campagnes de colmatage par kaolinite et par carbonate de calcium. Cette partie est rédigée sous forme d'un article scientifique qui n'a pas encore été soumis pour une publication. La seconde partie couvre la campagne de colmatage biologique.

**Partie 1 : Drip irrigation clogging detection,  
monitoring and discrimination using  
absorbance spectroscopy coupled with  
multivariate analysis.**



## Abstract

The main factor limiting the use of drip irrigation is clogging. Clogging can be physical, chemical or biological. There is currently no method that can offer a non-destructive measurement of clogging in the field. This study tests the application of near-infrared spectroscopy coupled with multivariate analysis methods to measure clogging. A millifluidic cellflow similar to a commercial dripper with a transparent wall was used to observe clogging. Two clogging materials were tested in separate experiments : kaolin (physical clogging) and calcium carbonate (chemical clogging). For 30 days, clogging developed in the millifluidic channel and was quantified using optical coherence tomography (OCT). Absorption spectra were acquired and processed with the Multivariate Curve Regression – Alternating Least Squares (MCR-ALS) method to follow clogging evolution throughout the experiment. A partial least squares with discriminant analysis (PLS-DA) model was computed to distinguish the two clogging materials based on the spectra. The use of MCR-ALS allowed following the evolution of clogging thickness in the channel during the two experiment. Comparison of the MCR-ALS results with the OCT reference thickness showed that absorbance spectroscopy coupled with MCR-ALS could provide accurate clogging thickness monitoring for kaolin and calcium carbonate. Discrimination between the two materials using PLS-DA model performed well, allowing an over 97% accurate discrimination. The use of absorbance spectroscopy for the measurement of clogging is therefore of interest for the maintenance of drip irrigation systems.

## Keywords

Kaolin, calcium carbonate, OCT, millifluidic, MCR-ALS, PLS-DA.

## IV.1 Introduction

Irrigation is one of the major uses of water in the world. With the current climate, it is necessary to save water and in this sense, drip irrigation is a particularly interesting irrigation technique. Indeed, it allows to reach very high irrigation efficiencies (Camp et al., 2000) and therefore save water. However, one of the main drawbacks of drip irrigation is its susceptibility to clogging. The drippers, which dissipate the energy to allow the flow in the form of drops, have a cross-sectional area of about 1 mm<sup>2</sup> and have a labyrinth geometry (Adin and Sacks, 1991; Lequette et al., 2020; Yan et al., 2009). These two design parameters favour the occurrence of clogging within the dripper, which can alter its operation and affect the efficiency of irrigation (Lamm et al., 2006).

In practice, clogging can be physical, chemical or biological (Adin and Sacks, 1991; Bucks et al., 1979). Physical clogging is related to the deposition of particles that have not been filtered upstream of the irrigation system (Niu et al., 2013; Oliveira et al., 2017). These are usually clay, silt or fine sand particles. Chemical clogging is caused by the precipitation of elements in solution in the irrigation water. The most common precipitate encountered in this context is calcium carbonate (CaCO<sub>3</sub>) (Hills et al., 1989; Rizk et al., 2017). Biological clogging is associated with bacterial growth. Bacteria accumulate and arrange themselves to form a biofilm that is more resistant to shear and pressure conditions (Lequette et al., 2021; Yao and Habimana, 2019). The different types of clogging have been studied with imaging methods such as optical microscopy, Optical Coherence Tomography (OCT) or computed tomography (Lequette et al., 2020; Oliveira et al., 2020; Ramachandrupa and Kasa, 2020). However, physical and chemical clogging have never been quantified and monitored in situ. Depending on the type of clogging involved, maintenance operations may differ : hydraulic flushing can combat physical clogging (Puig-Bargués et al., 2005), acid injections increase the pH and help to eliminate chemical clogging (Hills et al., 1989), and chlorination eliminates the bacteria and biofilm causing clogging (Lequette et al., 2021). It may therefore be particularly interesting to be able to know the nature of clogging and its evolution over time in order to better manage these maintenance operations.

Currently, the main way to detect clogging in the field is to observe a variation in the flow rate of one or more drippers (de Camargo et al., 2014). However, when the flow rate of the drippers varies, it could mean that the clogging is already present and its elimination could be particularly

difficult. Furthermore, based only on a flow measurement, it is impossible to know the nature and the degree of the clogging and to pilot the maintenance operations accordingly. Due to the size of the drippers, the measuring conditions in the field and the variety of clogging materials to be monitored, few methods can potentially meet this need (Petit et al., 2022).

Among these methods, absorbance spectroscopy could offer opportunities to qualify and quantify clogging in the field. Absorbance spectroscopy is widely used in the fields of soil analysis (Adamchuk et al., 2004; Viscarra Rossel et al., 2006) and water analysis (Berho et al., 2004) to detect elements associated with clogging in drip irrigation such as clays, silts or calcium carbonate precipitates. Mid-infrared absorbance spectroscopy has already been used by Tarchitzky et al. (2013) for the characterisation of clay particle clogging but with equipment that is too complex and expensive to be suitable for field measurement. Zimmerleiter et al. (2020) used in situ ultra-violet, visible and near-infrared spectroscopy via low-cost sensors for the detection and monitoring of biofilm formation, encouraging the use of this method in a sensor format. The work of Petit et al. (2021) demonstrated the potential of absorbance spectroscopy in the visible and near-infrared range for the qualification and quantification of physical and chemical clogging. They simulated clogging with clays (kaolinite and bentonite), sand and calcium carbonate in glass cups with a material thickness not exceeding 1 mm. In this simplified context, they used absorbance spectroscopy in the visible and near-infrared region coupled with multivariate analysis to identify the clogging nature and estimate its thickness. This work validated the possibility of quantifying and qualifying these clogging materials in the presence of water using spectral measurements. It constitute a first step towards the development of an in situ method for clogging detection and analysis. The present work aims to go further in the development of this approach by applying similar methods to a measurement context closer to reality.

To extract information from spectral data, multivariate analysis are commonly used. Among these methods, the Partial Least Squares Regression with Discriminant Analysis (PLS-DA) can be used for sample classification for multivariate data in various contexts (Lee et al., 2018; Wold et al., 1984). In a previous study, Petit et al. (2021) used the PLS-DA method to differentiate samples containing the previously mentioned materials. Multivariate Curve Resolution – Alternating Least Squares (MCR-ALS) is a method suitable for studying the temporal evolution process of samples (Tauler, 1995). This method, without prior information of the process, can help to interpret the

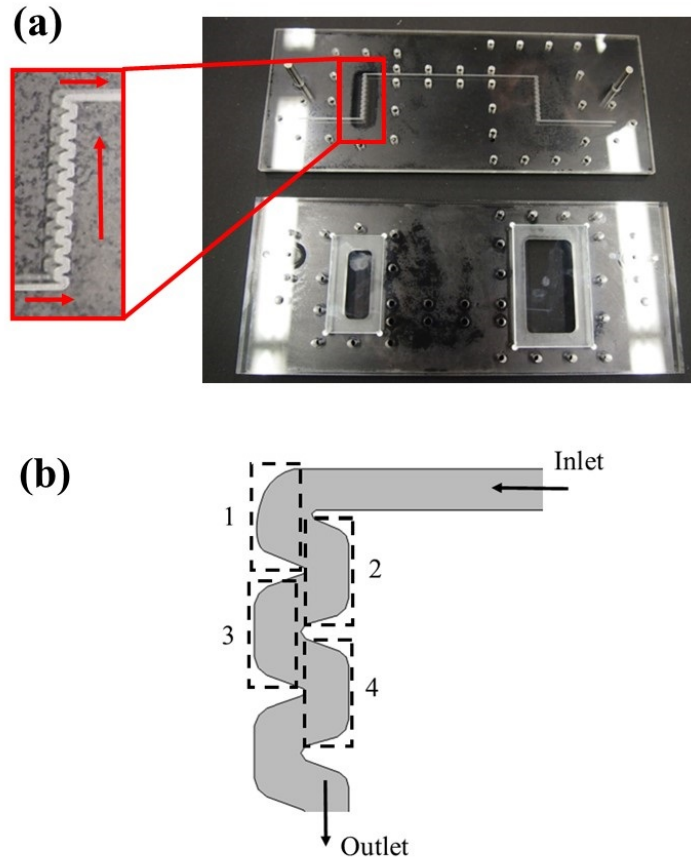
evolution of the concentration of different species present in a mixture over time. MCR-ALS have been largely successfully applied to the analysis of spectroscopic data recorded in evolutionary systems (Garrido et al., 2008; Mas et al., 2011) but never in the context of drip irrigation.

The present work aims to evaluate the potential of absorbance spectroscopy combined with multivariate analysis methods to analyse clogging processes in drip irrigation. To do that, near infrared spectroscopy measurements were performed to monitor two kinds of clogging (physical and chemical clogging) on a millifluidic cell – similar to a commercial dripper. MCR-ALS was used for the first time to detect and to describe the evolution of clogging. OCT measurements were used to validate the MCR-ALS results. PLS-DA was used to discriminate the two clogging materials. The present methodology offers a novel strategy to improve the knowledge linked to clogging processes in drip irrigation systems that could help to pilot their maintenance operations.

## IV.2 Material and methods

### IV.2.1 Millifluidic cell flow

To simulate clogging in a dripper, a transparent millifluidic cell reproducing a portion of a drip labyrinth channel was used (Figure IV.1a). This is the same cell used by Ait-Mouheeb et al. (2019). The bottom plate of the cell is made of polymethyl methacrylate (PMMA) which contains the engraved millifluidic part composed of two labyrinths containing 20 baffles each connected by a straight channel portion. The top plate is made of PMMA and is equipped with glass walls above the labyrinths to provide optical access. The glass was chosen to facilitate optical measurements. The two plates are pressed together to seal the cell. The channel has a width of 1000  $\mu\text{m}$  and a depth of 600  $\mu\text{m}$ , which is representative of the most common dripper geometry on the market (see Figure IV.1b).



**FIGURE IV.1** – (a) Opened millifluidic cell with a zoom on one of the labyrinths consisting of 20 baffles. Red arrows indicate the direction of water flow. (b) Detailed geometry with observations zones inside of the labyrinth : baffles 1 to 4.

## IV.2.2 Clogging solutions

The solutions used to feed the millifluidic cell aimed at causing clogging of a physical and chemical nature. For physical clogging, the material chosen is kaolinite (Honeywell Fluka, Charlotte, NC, USA). Kaolinite has a particle size of the order of  $1\ \mu\text{m}$ , which allows deposits of varying thickness to be formed (Peterson and Summers, 2021). Moreover, kaolinite seems to be prone to aggregation phenomena in the presence of salt, which can favour clogging (Bounoua et al., 2016; Oliveira et al., 2017). The feed solution contained kaolinite at a concentration of  $2\ \text{g.L}^{-1}$ , a concentration higher than that used in the literature, to maximise clogging phenomena (Ait-Mouheeb et al., 2019; Oliveira et al., 2017, 2020), and sodium chloride (NaCl) at a concentration of  $10^{-2}\ \text{mol.L}^{-1}$  as used by Bounoua et al. (2016) and Ait-Mouheeb et al. (2019) to generate aggregation phenomena.

For chemical clogging, the feed solution contained calcium carbonate particles ( $\text{CaCO}_3$ , Fisher Scientific, Loughborough, Leics, UK), which is one of the most common precipitate in drip irrigation (Hills et al., 1989; Rizk et al., 2017). Calcium carbonate was put directly in solid form to ensure a constant concentration of  $2 \text{ g.L}^{-1}$  identical to that of kaolinite to be comparable and favourable to clogging. The millifluidic cell was supplied with clogging solutions 8h a day during 30 days for each clogging material. An operating flow rate of  $0.8 \text{ L.h}^{-1}$  imposed by a peristaltic pump (Masterflex L/S) that induced a Reynolds number of 300 in the channel to have a flow regime close to reality. The feed solutions were renewed daily to maintain the concentrations.

### IV.2.3 Optical Coherence Tomography (OCT) measurement

OCT imaging was used daily to provide a follow the evolution of clogging thickness and to compare it with the results obtained with absorbance spectroscopy as in the work of Petit et al. (2021).

#### *Images acquisition*

3-D OCT images were acquired daily during 30 days for each clogging material using a Thorlabs GANYMEDE II OCT (LSM03 lens, lateral resolution : 8 mm; Thorlabs GmbH, Lübeck, Germany). The operating wavelength was 930 nm and the refractive index of water ( $n=1.333$ ) was set. The OCT images thus acquired covered an area of 7 mm by 4 mm ( $28 \text{ mm}^2$ ) which included the first 4 baffles of the labyrinth. Only these first 4 baffles were monitored as these are the areas where clogging mainly occurs (Ait-Mouheb et al., 2019). The baffles were numbered from 1 to 4 as shown in Figure IV.1b.

#### *Images processing*

Firstly, 3-D OCT datasets were processed in Fiji (running on ImageJ version 1.50 b, Schindelin et al. (2012)). Secondly, an in-house code was used to detect the pixels associated with the fouling particles using MATLAB R2018r (MathWorks, Natick, MA, USA, version 2018b). A threshold (adapted to all datasets) was applied to binarise the dataset to differentiate clogging material from water. The intensity contrast between the fouling pixels and the remaining parts (water) was deliberately high to facilitate allocation of these last areas to the background. Thus, in the studied OCT acquisitions, the threshold values vary between 0 and 60 with noise intensity of between 0 and 15

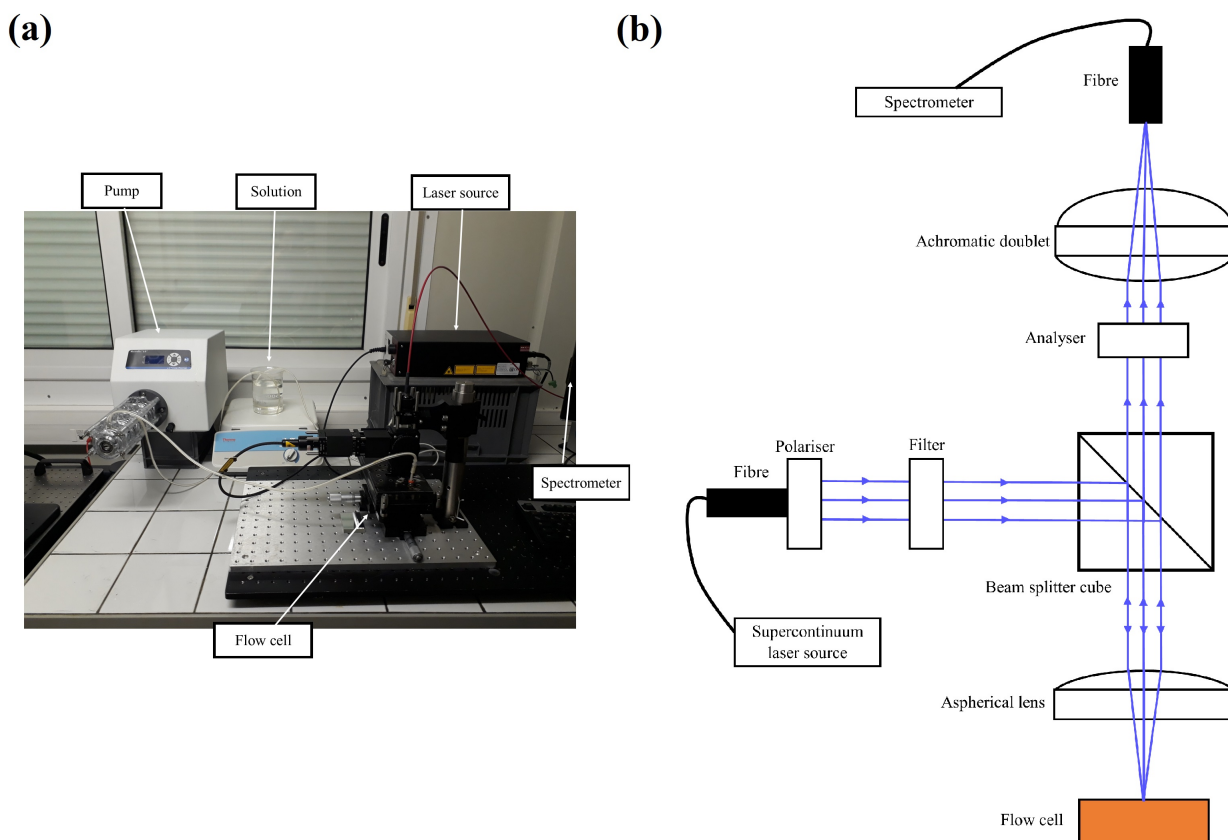
(water) and a signal related fouling of between 22 and 60. In addition, suspended solids and outliers were removed by applying the ‘clean and majority functions’ of MATLAB.

In each image, 6 measurement points were determined for each baffle studied, i.e. a total of 24 measurement points. The measurement points covered a circular area with a diameter of 100  $\mu\text{m}$ , which corresponds to the acquisition area of the absorbance spectroscopy equipment. In addition, the measurement points were placed to match the placement of the absorbance spectroscopy measurements. The OCT image provides the clogging thickness on pixels corresponding to an area of 14  $\mu\text{m}$  by 8  $\mu\text{m}$ . The thickness was averaged over all pixels within each measurement point to form the reference thickness measurement.

#### IV.2.4 Absorbance spectroscopy

The optical set-up used to perform the absorbance spectroscopy measurements is shown in Figure IV.2. A supercontinuum fibre laser (NKT Photonic SuperK Compact) emitting radiation from 450nm to 2400 nm was placed at the input of the system as the light source to ensure measurement in the near-infrared region. A high-pass filter placed in front of the source allowed the spectrum to be cut off just after the peak of the laser’s pump beam at 1050 nm, thus avoiding spectrometer saturation.

A beam splitter cube (Thorlabs BS015) was then used to direct the laser beam towards the sample. The light was then focused at the millifluidic channel using an aspherical lens (Thorlabs AL2520M). The light backscattered by the sample was then collected by the same aspherical lens, passed through the splitter cube, and was focused by an achromatic doublet (Thorlabs AC254-030-C) into a 600- $\mu\text{m}$  diameter fibre. This fibre was connected to a spectrometer (ASD Labspec4 STD-RES, 350-2500nm). In addition, a linear polariser (Thorlabs WP25M-UB) was positioned between the source and the filter, and another (called an analyser) was placed between the separator cube and the dipole. These two elements allowed the suppression of specular reflection on the glass plate closing the millifluidic cell.



**FIGURE IV.2** – (a) Optical setup for absorbance spectroscopy measurements of clogging in the millifluidic cell and (b) detailed spectroscopy setup

This set-up allowed the spectral range of 1100 to 2500 nm to be studied, with an optimal range of 1100 to 1700nm (due to the optics, notably the splitter cube). The millifluidic cell was positioned on two micrometric plates allowing it to be moved along the X and Y axes.

For each day of the two experiments, absorbance spectroscopy measurements were performed on the first 4 baffles. The measurement spot has a diameter of 100  $\mu\text{m}$  and 6 measurement points were acquired on each baffle for a total of 24 measurement points. For measurement point, the intensity of the reflected light ( $I(\lambda)$ ) was measured. Dark current ( $I_n(\lambda)$ ) i.e. signal without light was then subtracted. A white reference with a 10% reflectance factor (SRS-10-020, Spectralon®) ( $I_0(\lambda)$ ) was measured to standardise spectra and prevent nonlinearities of all the instrumentation components (light source, lenses, filters, splitter, fibres and spectrometer). From these measure-



ments, a reflectance ( $R(\lambda)$ ) was calculated for each measurement point at each day, as follows :

$$R(\lambda) = \frac{I(\lambda) - I_n(\lambda)}{0.1I_0(\lambda) - I_n(\lambda)} \quad (\text{IV.1})$$

### IV.2.5 Data analysis

#### *Multivariate Curve Resolution - Alternating Least Squares (MCR-ALS)*

The daily spectra acquired for each measurement point can be arranged as a data matrix  $\mathbf{D}$ . This matrix can be described by assuming a bilinear model based on Beer's absorbance law extended to several wavelengths :

$$\mathbf{D} = \mathbf{C}\mathbf{S}^T + \mathbf{E} \quad (\text{IV.2})$$

Where the rows of the matrix  $\mathbf{D}$  are the spectra acquired during the different days of the experiment and the columns are the absorbance intensity acquired at each wavelengths.  $\mathbf{C}$  is the matrix of concentration evolution of the different compounds involved in the process and the matrix  $\mathbf{S}^T$  is the matrix of their resolved pure spectra. Finally, the  $\mathbf{E}$  matrix is the matrix of residuals including the unmodelled data from the  $\mathbf{D}$  dataset.

The goal of the MCR-ALS algorithm is to recover the underlying bilinear model of equation IV.1 by using the sole information contained in the raw data matrix  $\mathbf{D}$ . To do that, an alternating least squares procedure under constraints is used to iteratively optimize both  $\mathbf{C}$  and  $\mathbf{S}^T$  matrices until the error in the reproduction of the original data set ( $\mathbf{D}$ ) is minimized as much as possible (de Juan et al., 2009; Tauler, 1995). In order to start the iterative procedure, previous determination of number of contributions in the  $\mathbf{D}$  and the generation of  $\mathbf{C}$  or  $\mathbf{S}^T$  estimates are needed. In this work, the determination of number of contributions was initiated using Singular Value Decomposition (SVD) (Golub and Van-Loan, 1989) and initial estimates of  $\mathbf{S}^T$  were obtained using SIMPLISMA which is a technique based on the detection of "purest" variables (Windig, 1992).

As mentioned before, in MCR-ALS analysis both  $\mathbf{C}$  and  $\mathbf{S}^T$  matrices are optimized under constraints. The use of these constraints allows obtaining chemically meaningful and more accurate spectral signatures and concentration evolutions (de Juan et al., 2009; Tauler et al., 1995). In this study, the most common constraints, such as non-negativity, unimodality and normalisation, were used.

The quality of the MCR results are described by the explained variance ( $\%r^2$ ), which are calculated according to the following expression :

$$\%r^2 = 100 \times \left(1 - \frac{\sum e_{ij}^2}{\sum d_{ij}^2}\right) \quad (\text{IV.3})$$

Where  $e_{ij}$  is equal to  $d_{ij} - d_{ij}^*$ ,  $d_{ij}^*$  are the values of the data set reproduced by the bilinear model and  $d_{ij}$  the original values in the original data set **D**. In order to consider that MCR results of an analysis are adequate, the variance explained must be sufficiently high and the concentration profiles and spectra obtained must be chemically meaningful and show shapes consistent with the variation in the original data sets.

For more details on the MCR-ALS method see [Tauler \(1995\)](#), ([de Juan et al., 2009](#)) and [Tauler et al. \(1995\)](#). The use of this method was done via MATLAB R2018 software (MathWorks, Natick, MA, USA, version 2018b) and using the MCR-ALS GUI 2.0 program ([Jaumot et al., 2015](#)).

It is worth to mention that the concentration profiles contained in the **C** matrix have an arbitrary scale, and hence qualitative interpretation of clogging variation can be found ([Tauler et al., 1995](#)). MCR-ALS concentration profiles can be compared qualitatively with the evolution of thickness measured by OCT. In this work, the noise-filtered matrices reproduced by the bilinear model (see equation IV.4) were further used to predict the class-type of clogging material by means of PLS-DA algorithm.

#### *Partial Least Squares Regression with Discriminant Analysis (PLS-DA)*

PLS-DA is one of the most widely used classification techniques in chemometrics that allows the prediction of the class of a sample from the raw data ([Wold et al., 1984](#)). This technique is used to optimize separation between different groups of samples, which is completed by linking two data matrices X (i.e., spectral data) and Y (i.e., class membership). To do that, a model is constructed on a calibration dataset to establish latent variables (LVs) that allow the samples in the dataset to be optimally discriminated according to the classes assigned to them. The model used in this work associated the absorbance spectra of the samples with the two studied clogging materials according to the maximum covariance in the space created by the LVs.

The protocol for applying the model on R software ([R Core Team, 2017](#)) is the same as that of [Petit et al. \(2021\)](#). Briefly, the data were divided into a calibration set (2/3 of the data) and a test set

(1/3 of the data). The calibration set was used to calibrate and cross-validate the PLS-DA model via a leave-one-out algorithm. The performance of the model was then evaluated on the independent test set.

The PLS-DA model was applied to the spectra of the  $\mathbf{D}^*$  matrix obtained from the MCR-ALS results as follows :

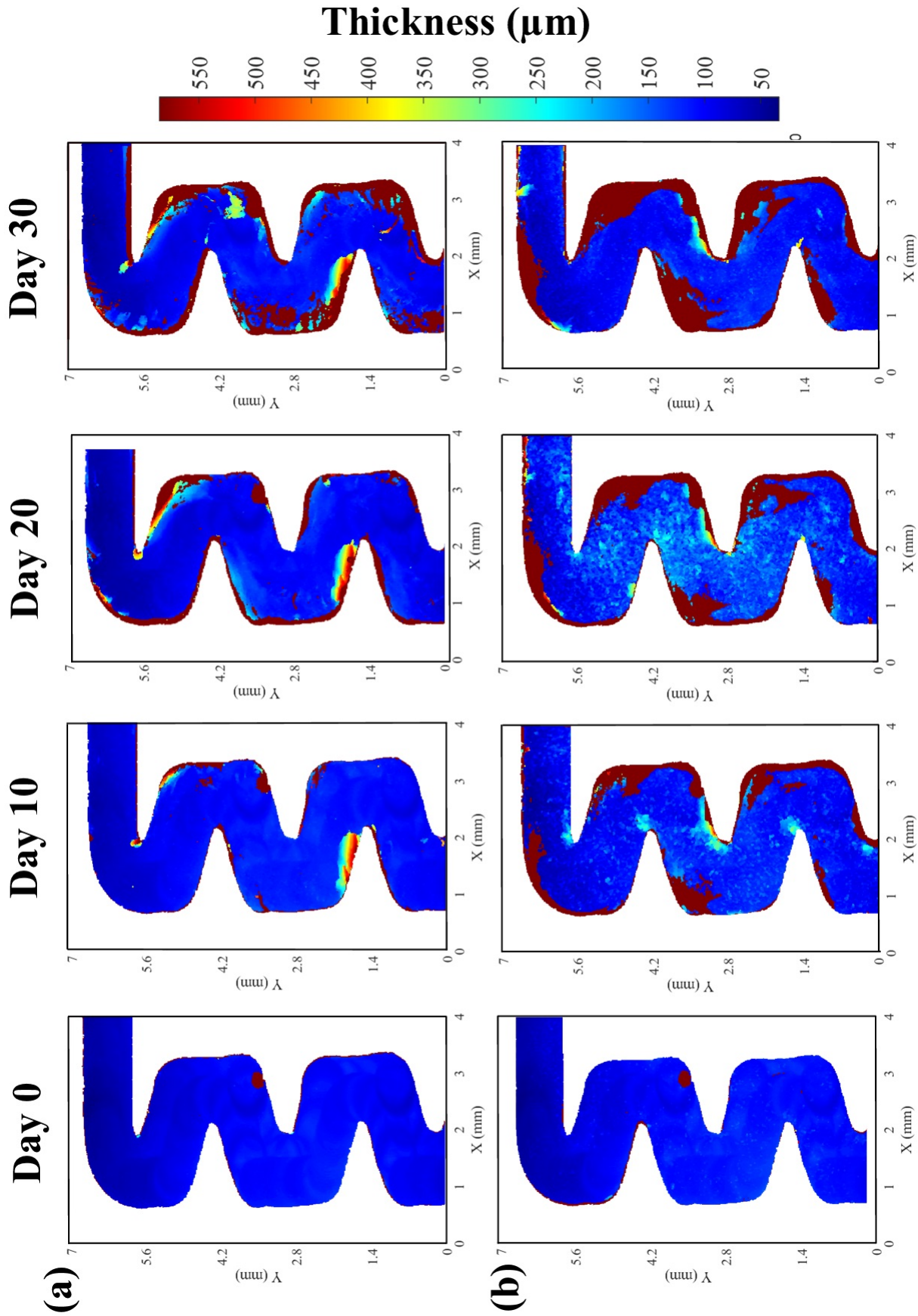
$$D^* = CS^T \quad (\text{IV.4})$$

Where  $\mathbf{C}$  is the matrix of concentration evolution of the different compounds involved in the process and the matrix  $\mathbf{S}^T$  is the matrix of their resolved pure spectra both obtained from MCR-ALS processing. Now, this reproduced matrix does not contain residual spectra (see equation IV.1) which could help to have a better discrimination. The objective of the PLS-DA model was to discriminate between the two clogging materials (kaolinite and calcium carbonate). In this sense, the spectra associated with a reference thickness of less than 10  $\mu\text{m}$  have been arbitrary excluded from the  $\mathbf{D}^*$  matrix as they a priori do not contain information on the clogging materials and could degrade the discrimination power of the model. The discrimination results are presented in a confusion matrix. The two rows of the matrix represent the actual classes (kaolin and calcium carbonate) and the two columns represent the instances in the predicted class. This matrix allow for a quick overview of the error of the discrimination model.

## IV.3 Results and discussion

### IV.3.1 Clogging thickness evolution

The evolution of clogging thickness inside of the first 4 baffles of the labyrinth was monitored using OCT measurements and is presented in Figure IV.3. As mentioned earlier, only the first 4 baffles of the channel were monitored as these are the areas where clogging mainly occurs (Ait-Mouheb et al., 2019).



**FIGURE IV.3** – OCT images obtained in the first 4 baffles at days 0, 10, 20 and 30 for (a) kaolin clogging and (b) calcium carbonate clogging. The red arrows indicate the flow direction. Clogging thickness range from 0  $\mu\text{m}$  (deep blue) to 600  $\mu\text{m}$  (deep red).

*Kaolin clogging*

The flow within the dripper channels can be divided into two zones : a preferential flow zone, in the centre of the channel, where the water velocity is higher, and the recirculation (so-called vortex) zones where the water has a lower velocity and makes circular movements (Al-Muhammad et al., 2018). The vortex zones are located at the corners of each baffles. Several studies have observed that clogging occurs mainly in the vortex zones (Ait-Mouheb et al., 2019; Oliveira et al., 2020) and the results obtained here confirm these observations. As observed by (Oliveira et al., 2020), kaolinite particles settle in these vortex zones and appear to accumulate. In the present study, this is the first time that a physical clogging formation has been monitored and quantified by imaging over time.

Here, clogging appears with thicknesses close to the total height of the channel (600  $\mu\text{m}$ ) in baffles 2 and 3 from day 10. On day 20, the area covered by clogging in baffles 2 and 3 has increased and clogging is present in baffles 1 and 4 at the edge of the walls with thicknesses of around 600  $\mu\text{m}$ . At the end of the experiment (day 30), the clogging covers a larger area in each of the baffles. Baffle 1 appears to be the least clogged with thicknesses inferior to 100  $\mu\text{m}$ . For the other baffles, the clogging follows the walls and is done in the corners of the baffles as observed in previous studies. On one hand, clogging occurs first in baffles 2 and 3 and appears to form a thick, localised mass before affecting other areas of the channel. On the other hand, at the end of the experiment, the clogging in baffle 3 has a high thickness but is very heterogeneous and covers the entire baffle and not just the corners. As the OCT operates at a wavelength of 930 nm, the signal does not pass through the kaolinite particles. The OCT measurement therefore cannot distinguish between continuous clogging from the bottom of the channel to the top of the channel and clogging only on the top wall of the channel. The heterogeneity of the clogging and its position in baffle 3 suggests that it was formed on the upper wall of the channel. Therefore, the OCT measurement detects a thickness of 600  $\mu\text{m}$ , whereas in reality the clogging can be either continuous from the bottom of the channel (with a thickness close to 600  $\mu\text{m}$ ) or formed only at the upper side of the channel with a potentially lower thickness. However, OCT is currently one of the sole methods that offers an in situ measurement without alter the sample. As such, its measurement constitute a reference for clogging thickness.

The kaolinite clogging formed progressively during the experiment. At the beginning only two baffles were affected and at the end all 4 baffles observed were affected and the surface covered by the clogging is more important.

#### *Calcium carbonate clogging*

With chemical clogging with calcium carbonate, the vortex zones of the first four baffles are affected by clogging as early as day 10. Again, it is impossible to know whether the clogging had formed only at the top of the canal or occupied the entire height based on the OCT images alone. However, as the bottom of the channel is machined PMMA, its roughness is of the order of 10  $\mu\text{m}$  and the top surface of the channel is smooth glass, it seems unlikely that the carbonate particles will attach to the top of the channel. In addition, calcium carbonate can be observed at the top of the labyrinth teeth with a thickness close to 200  $\mu\text{m}$ . In this area, the shear rate is high and therefore many calcium carbonate particles are passing in this zone. In this case, clogging formed despite the high shear rate that could erode it ([Henry et al., 2012](#)).

At the end of the 20th day of the experiment, points of varying thicknesses between 200 and 300  $\mu\text{m}$  can be seen in the main water passage zone in the centre of the channel. This indicates that particle deposition is taking place at the bottom of the channel, including where water is flowing at high speed. However, the clogging at the top of labyrinth teeth have disappeared. It is possible that the clogging formed was too thick and detached, due to the shear stress. At day 30, the clogging of the baffles is more important and the particles are still present at the bottom of the channel but without increasing in thickness. The velocity in the centre of the channel seems to be high enough to prevent the evolution of the thickness of this deposit.

We can therefore see a difference between the two clogging materials studied : physical clogging by kaolinite is progressive and appears first in baffles 2 and 3 before affecting the others. Chemical clogging by calcium carbonate occurs all at once and affects all the baffles. At the end of the experiment, the physical clogging covers the entire baffle but is heterogeneous, whereas the chemical clogging is concentrated on the baffle closest to the channel entrance but is homogeneous. The clogging kinetics will be studied in detail in the following section. Finally, a deposit at the bottom of the entire channel is formed with chemical clogging, whereas it is absent with physical clogging. This effect is surprising as the particle sizes of kaolinite and calcium carbonate are com-

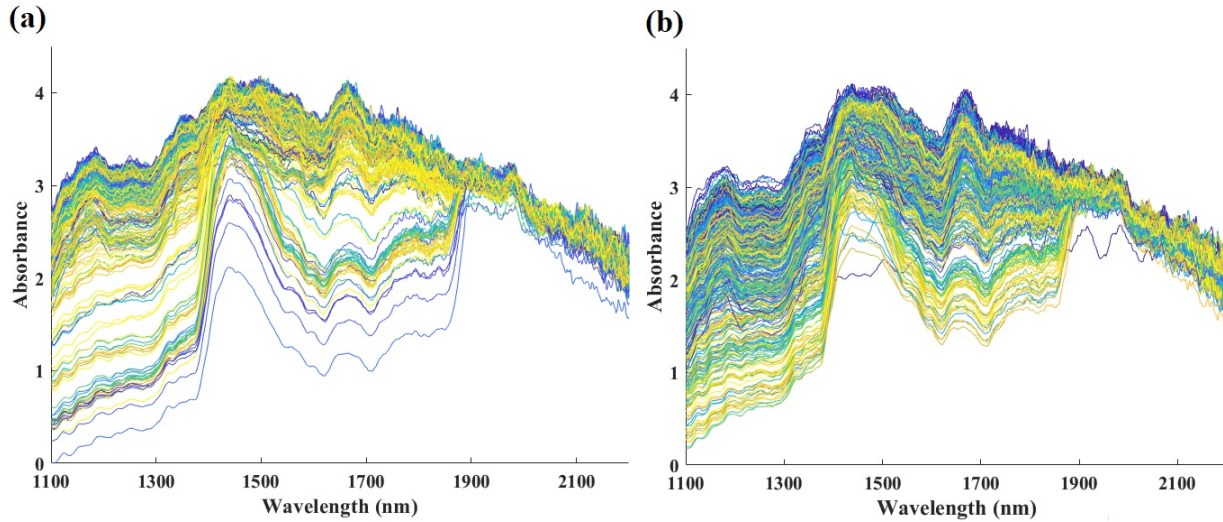


parable (in the order of 1  $\mu\text{m}$ ) and the density of the kaolinite used is higher than that of calcium carbonate. One would therefore expect to have a kaolinite deposit at the bottom rather than calcium carbonate. However, the addition of salt with the kaolinite was intended to cause aggregation phenomena. According to the results of [Bounoua et al. \(2016\)](#), the addition of NaCl at a concentration of  $10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$  to a montmorillonite clay solution caused the formation of aggregates with a diameter comprised between 15  $\mu\text{m}$  and 20  $\mu\text{m}$ . [Oliveira et al. \(2020\)](#) demonstrated that kaolinite have a greater potential of aggregation than montmorillonite thus the formed aggregates here can have a diameter superior to 20  $\mu\text{m}$ . Therefore, it is possible that the kaolinite aggregates formed are too large to settle to the bottom of the channel without being disturbed by the fluid velocity. On the opposite, calcium carbonate deposit seems to be constituted by thin layers on the top of the channel. This may be why calcium carbonate is able to deposit where the speed of water is high.

### IV.3.2 Exploration of raw spectra data

Figure [IV.4](#) shows all the raw absorbance spectra acquired for the two experiments conducted. In both cases, two main spectrum shapes can be distinguished : the first one have a high absorbance level and shows only a low absorbance peak at 1650 nm which corresponds to the first harmonic associated with the C-H bonds ([Workman, 1996](#)). As the lower part of the channel is constituted of PMMA, which is a polymer with many C-H bonds, this peak could therefore correspond to the bottom of the channel. The second group of spectra also shows this peak at 1650 nm but also peaks between 1450 and 1600 nm and between 1900 and 2100 nm. These peaks can be associated with the first harmonic of the O-H stretching vibration and the combination of O-H stretching and H-O-H bending vibration and are derived from the water spectrum ([Büning-Pfaue, 2003](#); [Phelan et al., 1989](#)).





**FIGURE IV.4** – Spectral absorbance data obtained on all measurement points with (a) kaolinite and (b) calcium carbonate clogging.

The first group of spectra was acquired at the beginning of the experiment, with little clogging material within the channel. The only peak observed can be associated with the bottom of the channel, which seems consistent with the absence of clogging material. Furthermore, the baseline of this group of spectra has a higher absorbance level than the other group. This reflects the presence of few diffraction phenomena which leads to a low reflectance level and therefore a high absorbance level. Few diffraction phenomena is characteristic of a flat, smooth sample surface and confirms that only the channel bottom is detected in these spectra.

The second group of spectra was observed as the clogging formed. The more clogging is present, the lower the absorbance level baseline of these spectra. In the presence of clogging, the medium becomes heterogeneous as the clogging does not form uniformly in the channel (see section IV.3.1). It therefore seems consistent that the height of the sample increases and therefore the distance travelled by the light is shorter, causing an increase in reflectance level and therefore a decrease in absorbance level. It is also noticeable that the spectra acquired on the calcium carbonate clogging cover a wider range of absorbance levels. As the calcium carbonate clogging formed more quickly than the kaolinite clogging, a greater number of spectra were acquired in the presence of calcium carbonate, which may explain the variety of absorbance levels for this spectrum shape.

When clogging occurs, the absorbance peaks detected are characteristic of the presence of wa-

ter. However, even in the absence of clogging, water is present in the channel during the measurement. The presence of clogging reduces the distance that the reflected light travels, so it is possible that the signal recovered in the presence of clogging provides more information and therefore transcribes the presence of water. On the other hand, it seems impossible to identify the presence of kaolinite or calcium carbonate from these spectra alone as no peaks can be associated with these elements. These results are similar to those obtained by [Petit et al. \(2021\)](#) with the same clogging materials in the presence of water but a different measurement context. Furthermore, in this work, glass cups were used and the peak at 1650 nm was not observed, which confirms that this peak is associated with the millifluidic cell used here and therefore with the bottom of the PMMA channel. Finally, the parts of the spectra acquired at wavelengths between 1900 nm and 2200 nm are noisier than the others and do not seem to contain any interesting information with regard to clogging and will therefore be suppressed for the rest of this work.

These results therefore seem to encourage the detection of clogging by visual observation of the spectra, but it still seems difficult to estimate the amount of clogging. Furthermore, in the absence of characteristic absorbance peaks, it is impossible to determine the nature of the clogging material based on visual observation of the spectra alone.

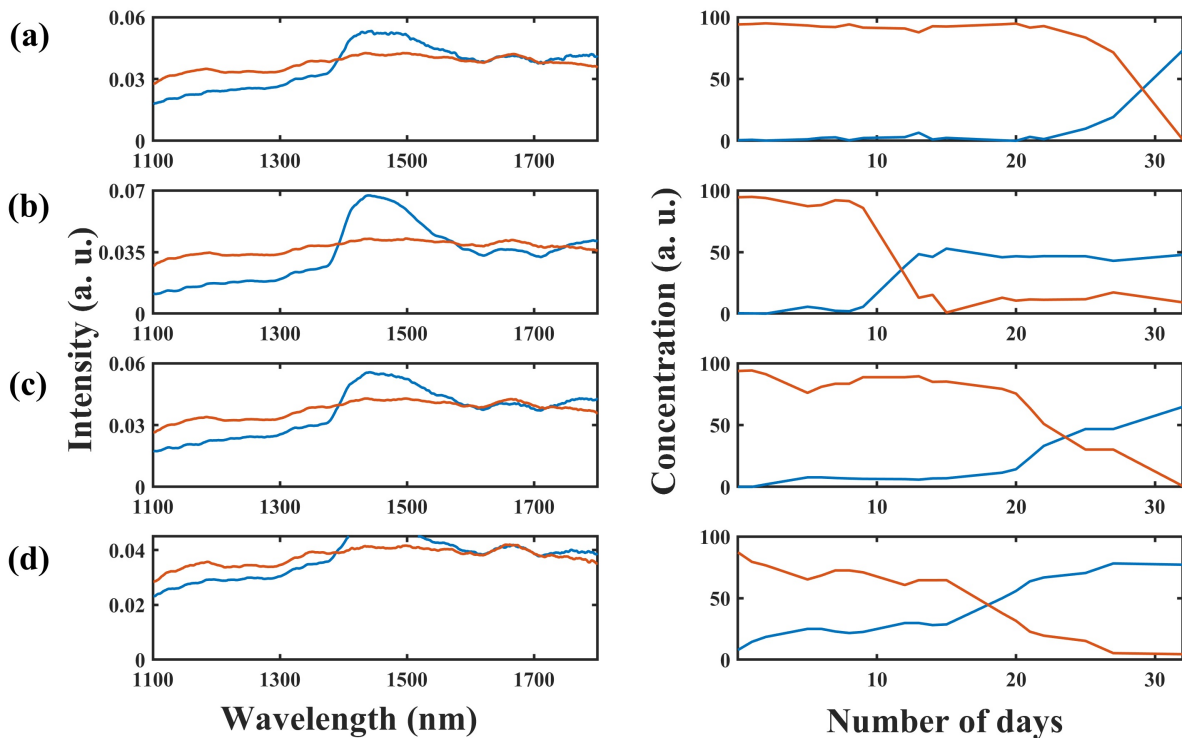
### IV.3.3 MCR-ALS results

The use of MCR-ALS makes it possible to estimate the evolution of clogging over time from measured spectra. This method was applied to each measurement point separately for the two clogging experiments.

#### *MCR-ALS results on kaolin*

MCR-ALS models with different components should be tested : each added component must clearly increase the explained variance in the data and lead to a model with interpretable concentration and spectral profiles. In this case, two contributions were resolved for each measurement point with a  $r^2$  greater than 99.9%. The inclusion of a different number of species gave lower explained variance or unreliable spectra. This results seems consistent with the visual observation in section [IV.3.1](#), where the raw spectral data seems to be divided into two distinct types of spectra, associated with the presence or absence of clogging.

Figure IV.5 shows the concentration profiles obtained by MCR-ALS and their associated pure spectra on four measurement points during the kaolinite clogging experiment. The points shown are those located in the corner closest to the channel entrance for each of the first four baffles, where clogging occurs first.



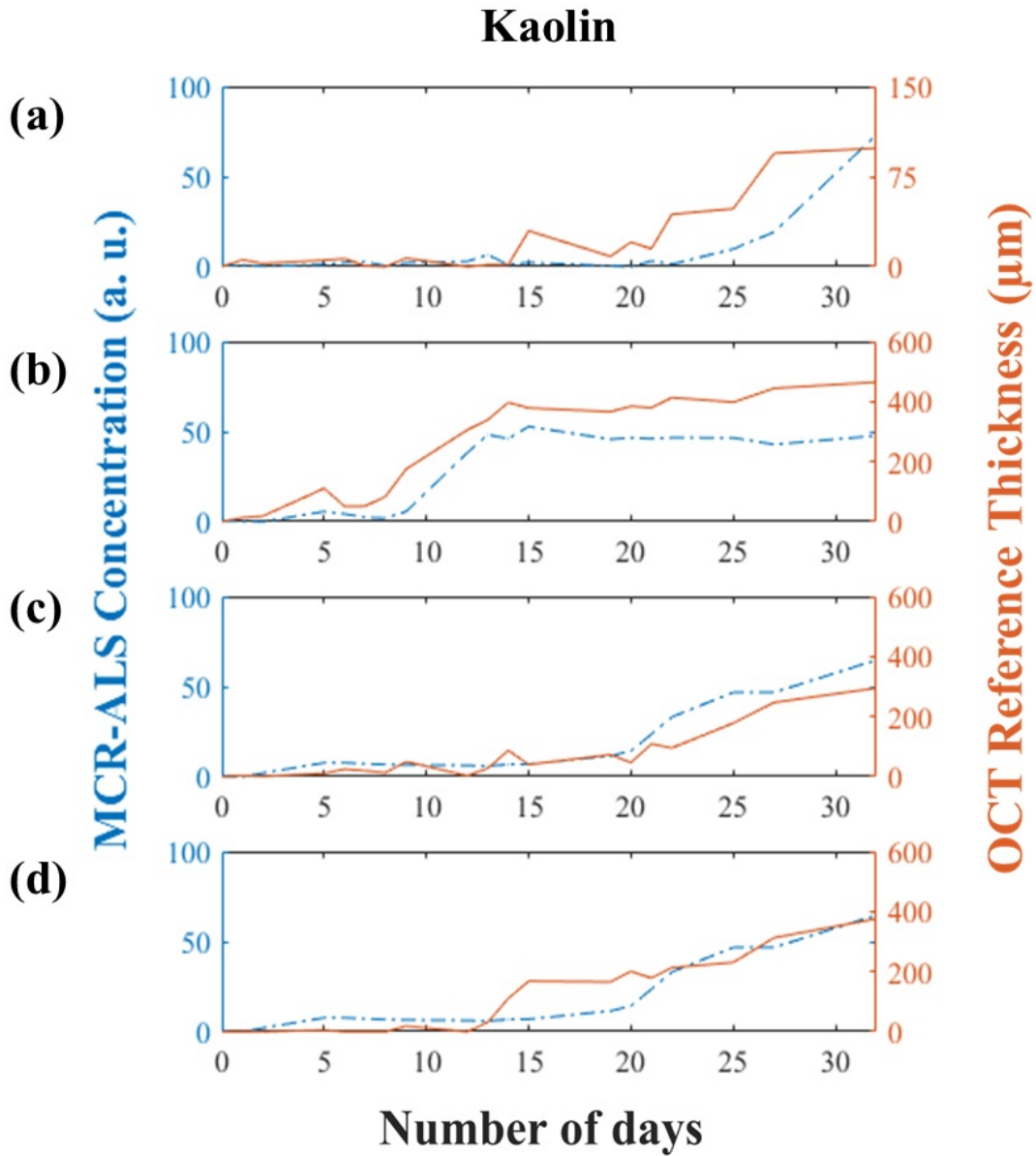
**FIGURE IV.5** – Pure spectra (left) and MCR-ALS concentrations evolution (right) in arbitrary units (a. u.) obtained on data from the kaolinite clogging experiment. The measurement points shown are associated with baffles (a) 1, (b) 2, (c) 3 and (d) 4.

It can be observed that for each measurement point the two resolved pure spectra are similar. The orange spectrum is almost flat or has only a peak at 1650 nm that can be attributed to the bottom of the channel. The blue spectrum presents a peak between 1450 nm and 1600 nm that can be associated with water and the same peak associated with the bottom of the channel. The two species identified by the MCR-ALS method seem to correspond to the two groups of spectra previously identified in section 3.1. According to the previous interpretations, the blue spectrum in Figure IV.5 can be associated with the presence of clogging and the orange spectra with the absence of clogging.

From the concentration profiles, it can be observed that orange profile decreases whereas blue profile increases. Therefore, when clogging occurred, the component associated with no clogging decreased and the one associated with the presence of clogging increased. Depending on the baffle monitored, the intersection between the two curves occurs at a different day. For baffle 1, the intersection occurs at day 29 which well transduce the appearance of clogging at the end of the experiment. For baffle 2 and 4, the intersection occurs before day 20, which can be correlated with clogging formation. For baffle 3, clogging appeared at day 10 but the intersection between the curves only occurs at day 24. It can be considered that the presence of clogging at the bottom of baffle 3 is not thick enough to be detected. The results obtained by MCR-ALS therefore seem to reflect the emergence and evolution of kaolinite clogging for these four measurement points.

As explained in section IV.2.5, the MCR-ALS concentration profiles are in arbitrary units and cannot be used to quantify clogging with the sole information of the raw spectra. However, the evolution of these concentrations can be compared with reference thickness measured with OCT. Figure IV.6 compares MCR-ALS concentration profile with the reference thicknesses obtained via OCT images for kaolin clogging.

The trends of the two curves are very similar for each measurement point. The evolution of kaolinite clogging on the first baffle is the least well transcribed of the 4 measurement points. As the clogging thickness is only 100  $\mu\text{m}$  at the end of the experiment, the spectral data do not allow to evaluate the thickness variations in detail. However, the general trend seems consistent, despite the low clogging thickness. On baffles 2 and 3, the variations are almost identical. Nevertheless, on baffle 4, the evolution of the clogging thickness between the 12th and 15th day is not observed on the MCR-ALS concentration profile, despite a clogging thickness evolution of almost 200  $\mu\text{m}$ . The concentration trend only follows the thickness from day 22, when the thickness exceeds 230  $\mu\text{m}$ . Therefore, it seems that the sensitivity of the spectroscopy measurement differs depending on the measurement points. Moreover, it seems necessary to reach a certain thickness of clogging for the detail of the thickness variations to be visible on the concentrations profiles obtained by MCR-ALS. This aspect seems consistent from a spectral point of view because it is necessary to have variations in the acquired absorbance spectra to detect clogging, and these variations seem to require a certain amount of clogging.

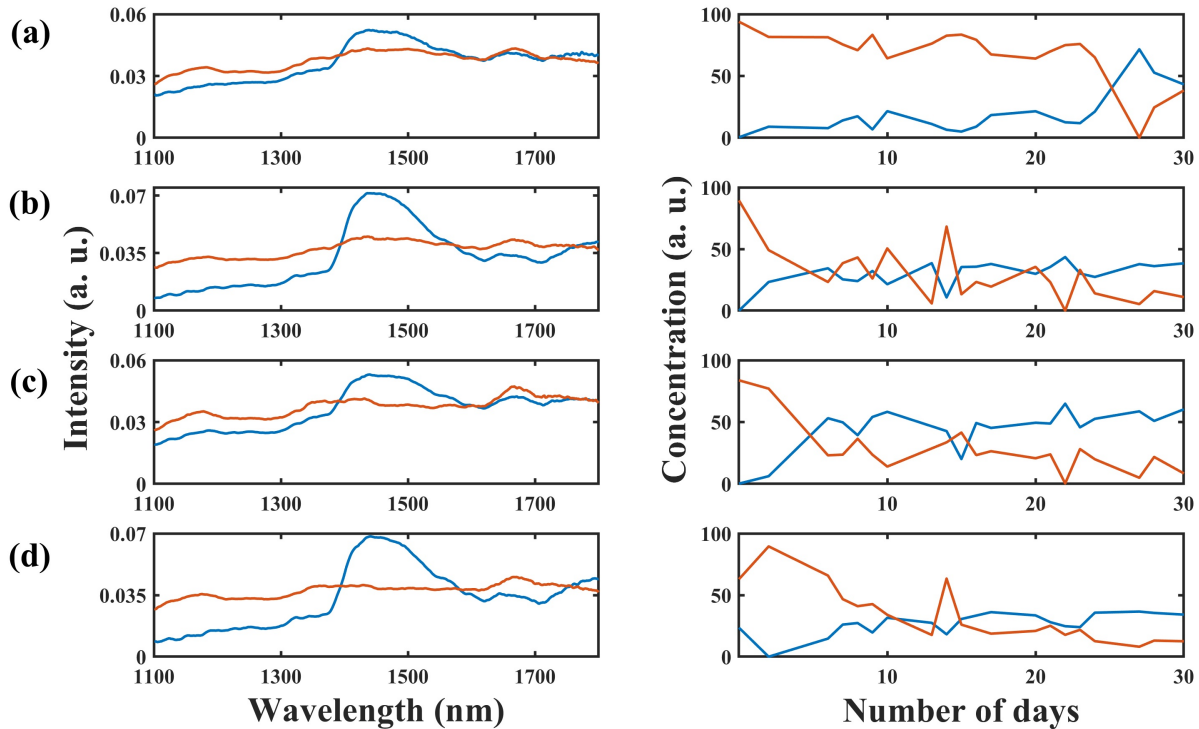


**FIGURE IV.6** – Comparison between OCT reference thickness (orange straight lines) and MCR-ALS concentration profiles (blue dotted lines) for the kaolin clogging. The measurement points shown are associated with baffles (a) 1, (b) 2, (c) 3 and (d) 4.

*MCR-ALS results on calcium carbonate*

For the calcium carbonate clogging, two contributions were also resolved with a  $r^2$  greater than 99.9%. Again, the inclusion of a different number of species gave lower explained variance or unreliable spectra.

Figure IV.7 shows the concentration profiles obtained by MCR-ALS and their associated pure spectra on four measurements, which are located in the same positions than kaolinite monitoring.

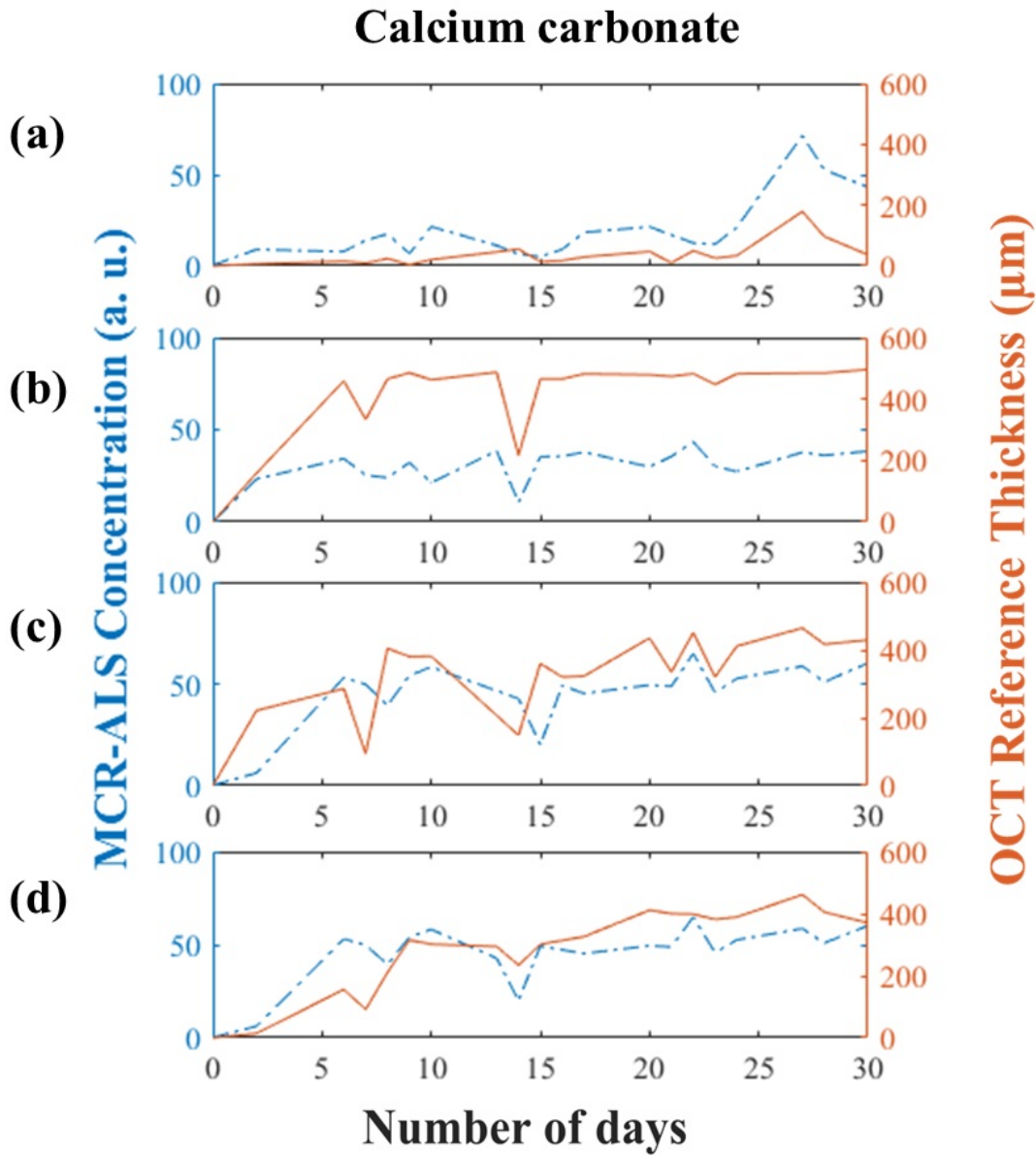


**FIGURE IV.7** – Pure spectra (left) and MCR-ALS concentration profiles (right) in arbitrary units (a. u.) obtained on data from the calcium carbonate clogging experiment. The measurement points shown are associated with baffles (a) 1, (b) 2, (c) 3 and (d) 4.

In this case, the two spectra also seem to correspond to the bottom of the channel with a peak at 1650 nm on the one hand (orange) and to the presence of clogging via the presence of the water spectrum at 1450 nm on the other hand (blue). For the concentration profiles, the same the same evolution presented on the kaolinite experiment can be observed. However, in this case, the concentration profiles were not strictly increasing or decreasing. Indeed, some peaks can be observed for each of the measurement points. The analysis of the intersection of the curves highlight that clogging is detected before day 10 for baffles 2, 3 and 4. The OCT images (see Fig. 4) confirms that clogging was indeed present in these baffles at day 10. For baffle 1, the intersection occurs at day 25 but on OCT images, clogging was formed starting day 20. The increase of the surface of baffle 1 covered by clogging between day 20 and 30 seems therefore necessary for its detection with spec-



tral measurement. Despite the presence of several peaks in the two curves, their first intersection is correlated to clogging formation. The comparison between the OCT measured thicknesses and the MCR-ALS concentration for calcium carbonate clogging are presented in Figure IV.8.



**FIGURE IV.8** – Comparison between OCT reference thickness (orange straight lines) and MCR-ALS concentration profiles (blue dotted lines) for calcium carbonate clogging. The measurement points shown are associated with baffles (a) 1, (b) 2, (c) 3 and (d) 4.

In the calcium carbonate clogging experiment, the concentration trends follow clogging thi-



ckness overall. However, some variations are less well reported : the peak on the 7th day on the second baffle presents a variation of 120  $\mu\text{m}$  but is less marked on the concentration curve. Similarly, the net change in thickness on baffle 3 on day 2, with an amplitude of 220  $\mu\text{m}$  is also less marked on the associated concentration curve. One of the cause of these minor differences may be the uncertainties from the positioning of the two measurement methods which may not be perfectly identical.

MCR-ALS results showed that the resolved pure spectra can be associated to the presence and the absence of clogging in the measurement area. Moreover, the evolution of the concentration curves obtained are opposed : clogging presence and absence are inversely correlated. The intersection between the two curves can be interpreted as the moment when the clogging is detected, which are in accordance to the OCT reference measurements for all the monitored points. In general, the results obtained by MCR-ALS are equivalent to the OCT reference thickness measurement. Therefore it can be concluded that the use of absorbance spectroscopy coupled with MCR-ALS is a powerful tool for the detection and the monitoring of drip irrigation clogging by kaolin and calcium carbonate. On the other hand, some thickness variations are less well reproduced and it seems necessary to have a minimum clogging thickness to ensure their detection.

#### **IV.3.4 Discrimination of clogging material using PLS-DA**

The matrices obtained by the MCR-ALS method were used to create a new dataset that should offer better discrimination results. This dataset was used to design a PLS-DA model to determine the nature of the clogging material from the spectral data. The PLS-DA model was established based on spectra with an associated thickness greater than 10  $\mu\text{m}$  in order to exclude samples where there was no clogging. After the calibration, cross-validation and prediction steps, the number of latent variables retained is 6. From this number of latent variables, the PLS-DA model assigns one of two classes (kaolinite or calcium carbonate) to each sample in the independent test set. The confusion matrix presented in Table IV.1 compares the class predictions obtained with the PLS-DA model with the actual classes of the samples.

		Predicted classes		Well predicted classes (%)
		Kaolin	Calcium carbonate	
Actual classes	n=193			
	Kaolin	60	0	100%
	Calcium carbonate	3	130	97,7%

TABLE IV.1 – Confusion matrix of clogging material classes (193 individuals)

It can be seen that the prediction for each of the classes exceeds 97%. The model is therefore able to differentiate the two classes of clogging materials with 97% accuracy. The work of [Petit et al. \(2021\)](#) obtained discrimination accuracies of over 90% for the same clogging materials but in a simplified context and without using the MCR-ALS method beforehand. Given the measurement context of the spectra used here, these results are good. As they are obtained in semi-real context, further application on fully realistic context are necessary to fully validate this approach. Nevertheless, these results confirm that the use of absorbance spectroscopy can be used to determine the nature of clogging materials in drip irrigation and could offer new tools for managing maintenance operations.

## IV.4 Conclusion

Combination of absorbance spectroscopy and multivariate data analysis results in the capacity to detect, monitor and discriminate between kaolinite and calcium carbonate clogging in a millfluidic cell, which simulates a commercial dripper. MCR-ALS allows the detection and monitoring of the evolution of both clogging materials over time. For each measurement point, the MCR-ALS results were in accordance with the reference measurements. The clogging process of all measurement points and clogging material could be described with a model based on two components related to the presence and the absence of clogging, respectively. Furthermore, the use of PLS-DA model made it possible to discriminate the clogging materials from the spectral data with an accuracy of over 97%.

Results obtained in this work have shown the power of combining NIRS with multivariate data analysis methods to study of physical and chemical clogging in drip irrigation. The conclusions reached in this work promote further work aimed at adapting the equipment used here to a measurement context that is closer to reality and to a smaller format and cost. This could help to constitute a clogging sensor usable in the field that would make it possible to control maintenance operations and improve the overall performance of drip irrigation systems.

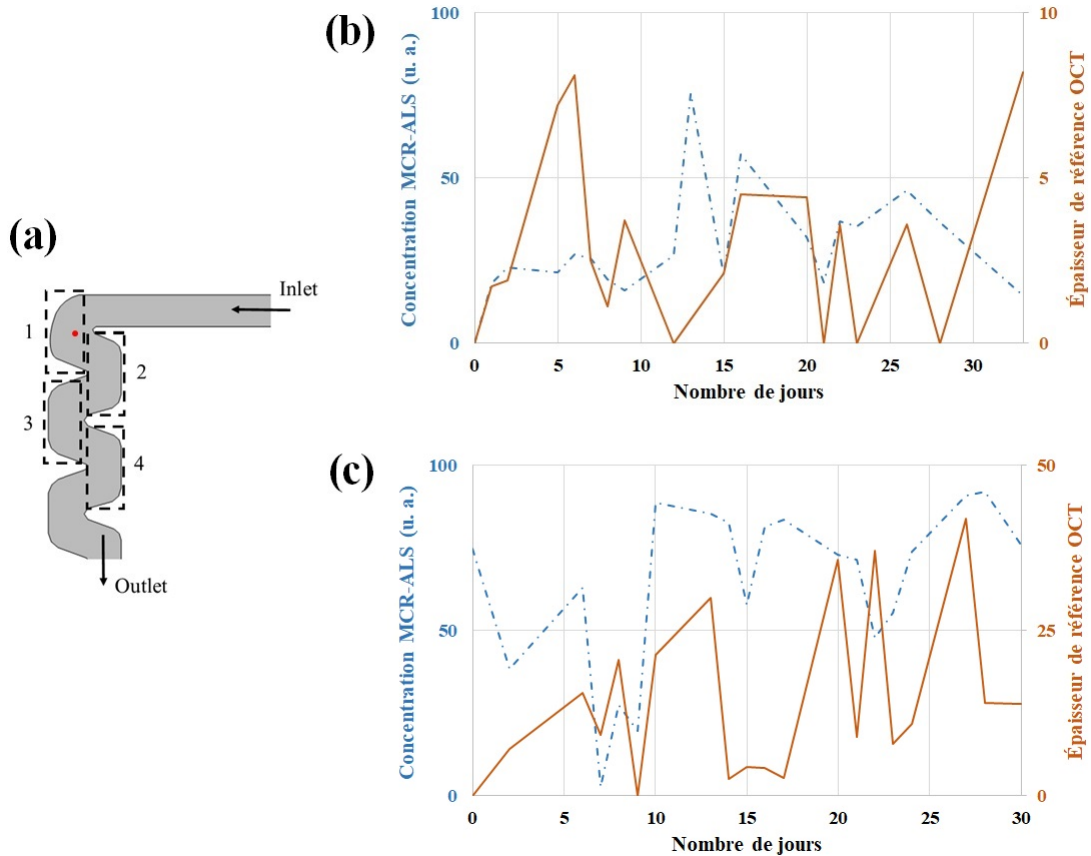
## IV.5 Limites et perspectives

L'article présenté ci-dessus est complété par cette section dans le cadre de ce manuscrit. Les résultats de ce suivi présentent certaines limites ouvrant sur des perspectives.

- Absence de colmatage

Certains points de mesure étaient localisés sur une zone où le colmatage n'était pas présent. Par exemple, au milieu de la chicane 1, l'épaisseur de colmatage n'a pas dépassé 50  $\mu\text{m}$  dans les deux campagnes de mesure. Les résultats de mesure OCT et de MCR-ALS associés à cette zone de mesure sont présentés sur la Figure IV.9.

Avec les deux types de colmatage, l'épaisseur ne dépasse pas le seuil identifié précédemment de 100  $\mu\text{m}$ . On remarque alors que les tendances des courbes obtenues par mesure d'épaisseur et par traitement des spectres ne sont pas identiques. Certains pics sont comparables mais dans l'ensemble les résultats ne sont pas les mêmes. Ces observations sont valables pour la plupart des points où le colmatage a une épaisseur inférieure à 100  $\mu\text{m}$ . Cela étaye l'existence d'une limite de quantité de colmatage nécessaire à l'évaluation de la cinétique de formation. En revanche, les résultats présentés ci-dessus montrent que la discrimination du type de colmatage est très bonne avec l'ensemble des spectres associés à une épaisseur de référence supérieure à 10  $\mu\text{m}$ . Les limites de discrimination et d'évaluation de la cinétique sont donc différentes.



**FIGURE IV.9** – Chicane 1 sur le canal 1 : (a) Localisation d’un point de mesure (en rouge). (b) Résultats de mesure d’épaisseur par OCT et de MCR-ALS pour le colmatage par kaolinite. (c) Idem pour colmatage par carbonate de calcium.

Ces aspects montrent que dans l’état actuel, cette approche ne permet pas une détection et une évaluation fiable du colmatage par kaolinite et carbonate de calcium en dessous de 100  $\mu\text{m}$ . Plus la quantité de colmatage est faible, plus le canal contient de l’eau. Or, lorsque l’épaisseur de la couche d’eau est trop élevée, l’intégralité du signal est absorbée, empêchant alors la mesure en réflexion. Cet aspect est certainement la cause de cette limite de fiabilité sur l’évaluation du colmatage par spectroscopie d’absorption.

- Incertitude de la mesure de référence

La mesure par OCT peut permettre d’avoir une précision de l’ordre de 2  $\mu\text{m}$  dans certains cas (Wagner and Horn, 2017). Dans cette étude, la taille des pixels sur l’axe permettant d’évaluer l’épaisseur était de 2  $\mu\text{m}$ . Mais l’épaisseur mesurée a été moyennée sur une surface d’un diamètre

de 100  $\mu\text{m}$ , correspondant à la zone d'acquisition spectrale. En moyennant cette épaisseur, les hétérogénéités issues de l'échantillon d'une part et du traitement de l'image d'autre part peuvent engendrer des incertitudes. L'écart-type associé à cette moyenne peut dépasser 200  $\mu\text{m}$  dans certains cas, montrant une forte hétérogénéité dans l'épaisseur mesurée. Ces hétérogénéités peuvent être particulièrement influentes sur des épaisseurs moyennes faibles. Dans ce cas, certaines différences entre la mesure spectrale et l'épaisseur de référence pourraient être associées à ces incertitudes de mesure. Il est difficile d'évaluer exactement l'impact de ces incertitudes sur la comparaison entre les mesures OCT et les résultats de MCR-ALS. Mais dans le cas de l'utilisation de l'OCT pour calibrer la méthode MCR-ALS afin d'avoir des résultats quantitatifs, ces aspects devront être pris en compte.

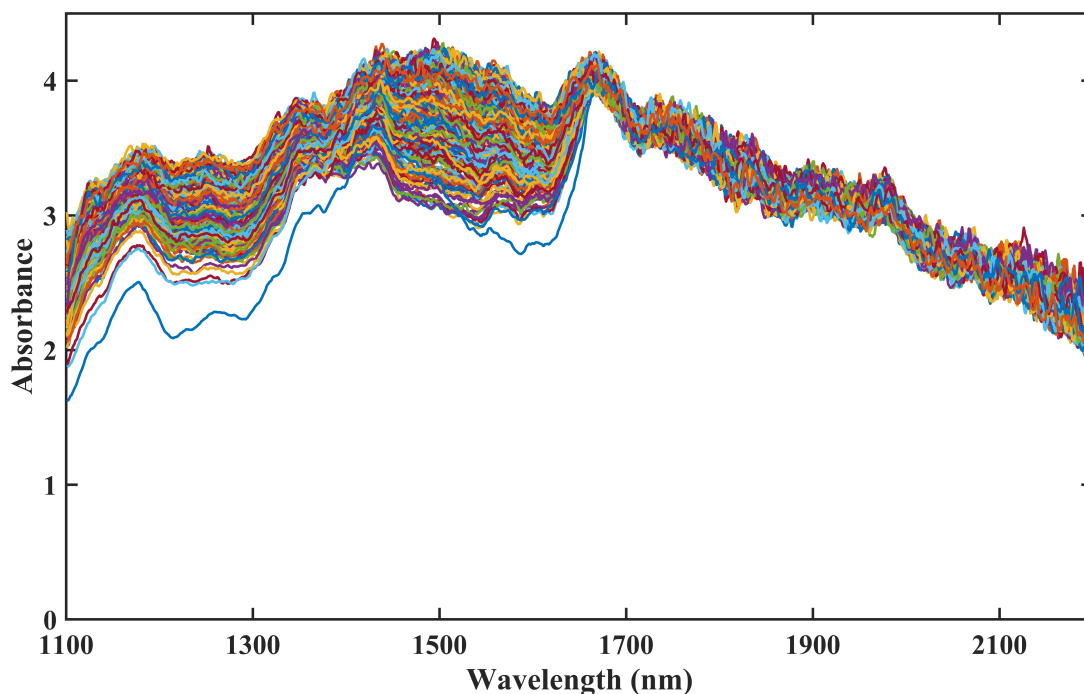
Ces points pourront faire l'objet de travaux plus poussés, visant à optimiser la limite de détection de la méthode d'une part et à limiter l'impact des incertitudes de la mesure par OCT en améliorant le traitement des images d'autre part. Lever ces deux verrous pourrait permettre d'obtenir des résultats suffisamment précis pour permettre l'utilisation de la spectroscopie d'absorption couplée à la MCR-ALS pour la quantification du colmatage.

## Partie 2 : Suivi du colmatage par biofilm par spectroscopie d'absorption

Les mécanismes de formation du colmatage biologique diffèrent de deux autres types de colmatage étudiés (voir Chapitre II) notamment car le biofilm est une matrice de bactéries composée d'EPS et d'eau principalement (Yao and Habimana, 2019). La présence d'eau ayant été identifiée comme limitante dans la Partie 1 (IV), il est nécessaire d'explorer l'utilisation de la méthode pour la mesure de biofilms pour en évaluer le potentiel. La spectroscopie d'absorption a déjà permis d'étudier la formation de biofilms dans le domaine du proche infrarouge (Tidwell et al., 2015; Zimmerleiter et al., 2020). Cette partie de l'étude vise donc à tester le potentiel de la spectroscopie d'absorption pour la détection et le suivi de la cinétique de formation du biofilm. Pour cela, une campagne de mesure similaire à celles présentées dans la Partie 1 a été conduite. Comme expliqué dans le Chapitre II, la mesure OCT a permis d'obtenir deux types de mesures de référence pour l'épaisseur du biofilm formé : l'épaisseur cumulée et l'épaisseur maximale. L'épaisseur cumulée renseigne sur la quantité totale de biofilm détectée par OCT sur l'ensemble de la hauteur du canal tandis que l'épaisseur maximale renseigne uniquement sur la hauteur maximale du canal atteinte par le biofilm. Ces deux mesures de référence ont donc été comparées aux résultats obtenus à partir de données spectrales traitées par MCR-ALS pour tester la capacité de la spectroscopie d'absorption à évaluer les épaisseurs cumulées et maximales de biofilm. Ensuite, un modèle de PLS-DA a été établi pour discriminer le colmatage par biofilm des deux autres types étudiés. Les matériels et méthodes sont identiques à ceux présentés en Partie 1 à l'exception de la solution d'alimentation qui est détaillée dans le Chapitre II.

## IV.6 Spectres d'absorption

Les spectres d'absorption bruts obtenus durant cette campagne de mesure sont présentés sur la Figure IV.10. Contrairement aux spectres obtenus avec les colmatages par kaolinite et par carbonate de calcium, il n'y a qu'une seule forme de spectre observable avec le colmatage par biofilm. Il s'agit de la forme attribuée à l'absence de colmatage dans les discussions précédentes. Les spectres ont un niveau d'absorption élevé, ce qui est probablement dû à la quantité d'eau présente dans les échantillons. Les seuls pics notables se situent à des longueurs d'ondes de 1160 nm et 1650 nm et sont associés aux liaisons C-H présentes dans le fond du canal en PMMA. On remarque néanmoins que tous les spectres mesurés n'ont pas exactement le même niveau d'absorption, ce qui pourrait être dû à la formation de biofilm. La présence de biofilm peut entraîner des phénomènes d'absorption ou de réflexion qui ont une influence sur le niveau d'absorption du spectre global. Enfin, comme précédemment, la partie des spectres associée à des longueurs d'ondes comprises entre 1900 et 2200 nm est bruitée et sera éliminée pour la suite de cette étude.



**FIGURE IV.10** – Spectres d'absorption obtenus sur tous les points de mesure pour la campagne de colmatage par biofilm.



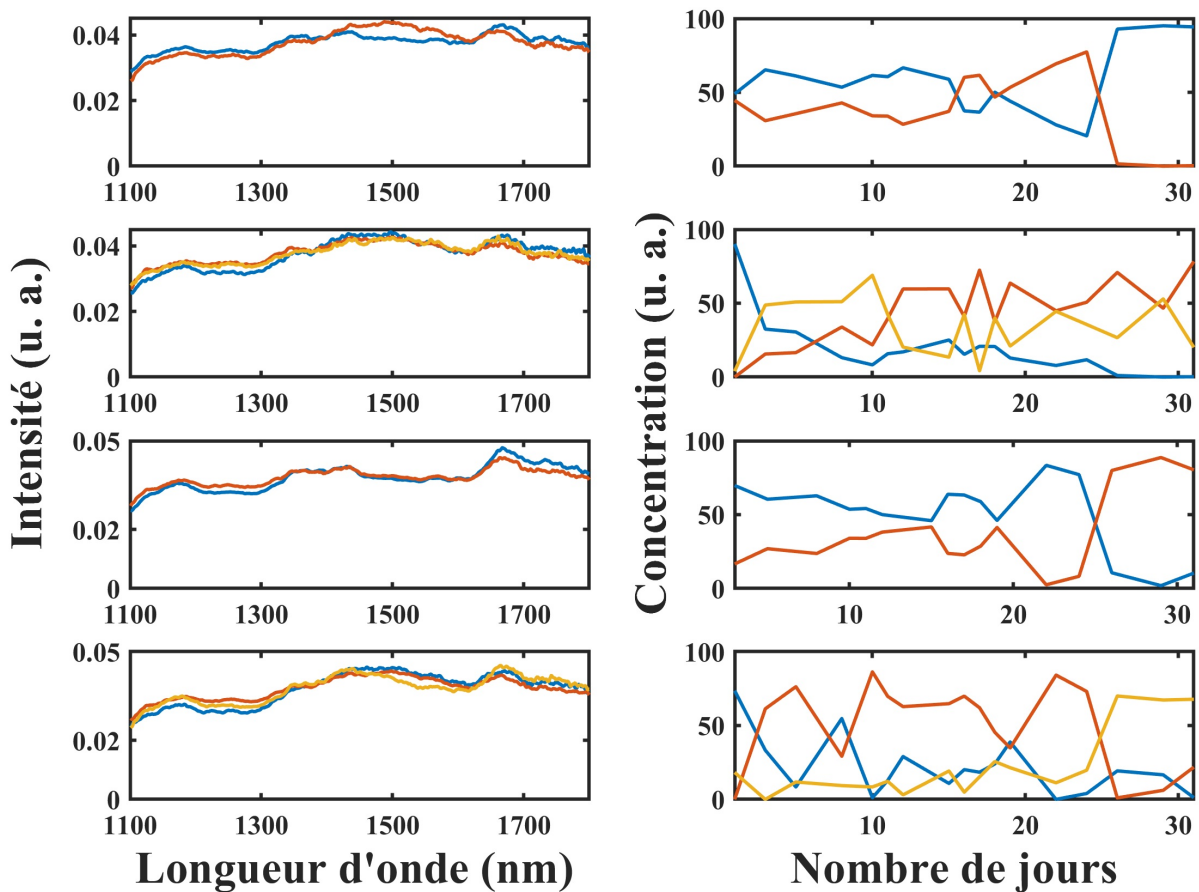
D'après les observations OCT réalisées, le colmatage biologique est bien présent, en particulier en fin de campagne. Certains des spectres présentés ici sont donc associés à la présence de colmatage. Là où la présence de colmatage par kaolinite ou par carbonate de calcium semblait engendrer un changement de forme spectrale, ce n'est pas le cas avec le biofilm. Cela peut être dû à la nature du biofilm. En effet, le biofilm est constitué en grande partie d'eau et il peut être difficile d'en détecter la présence en milieu aqueux. De plus, contrairement au colmatage par kaolinite ou par carbonate de calcium, ici la quantité d'eau traversée par la lumière est toujours élevée, pouvant causer une forte absorption du signal. D'autre part, d'après les travaux de [Zimmerleiter et al. \(2020\)](#), la présence de biofilm engendre un pic d'absorption entre 1650 et 1720 nm caractéristique des liaisons C-H présentes dans des composés organiques comme le biofilm. Or, ici le pic présent dans cette zone est attribué au fond du canal car il est présent sur l'ensemble des spectres. Il est donc possible que la nature du fond du canal constitue un frein à l'observation visuelle de l'apparition de biofilm sur les spectres d'absorption. L'utilisation de méthodes d'analyse multivariées va donc être nécessaire pour extraire plus d'informations de ces spectres et tenter d'évaluer si la présence et la croissance de biofilm peut être suivie par spectroscopie d'absorption.

## IV.7 Résultats obtenus par MCR-ALS

À partir des spectres d'absorption, la méthode MCR-ALS permet d'évaluer les spectres associés à des composés présents dans l'échantillon et à en suivre la cinétique au cours du temps. Les résultats obtenus sur la campagne de colmatage par biofilm sont présentés sur la Figure IV.11.

Pour cette campagne, le nombre d'espèces présentes retenu est de 2 pour les points issus des chicanes 1 et 3 et de 3 pour ceux issus des chicanes 2 et 4. Ces choix ont été faits afin de maximiser la concordance entre les profils de concentration issus de la MCR-ALS et les mesures de référence. Dans la Partie 1, les deux composantes expliquent respectivement la présence et l'absence de colmatage. Ici, la présence d'une troisième composante sur certains points permet d'expliquer le bruit contenu dans les spectres initiaux. La prise en compte de cette composante permet de réduire le bruit sur les deux premières composantes et d'améliorer les profils de concentration.

On remarque que les spectres des espèces ainsi identifiées sont quasi-identiques pour tous les points de mesure. Comme observé sur les spectres d'origine (voir Figure IV.11), dans le cadre de



**FIGURE IV.11** – Spectres purs (à gauche) et cinétiques de concentration (à droite) en unités arbitraires obtenus par MCR-ALS sur la campagne de colmatage par biofilm. Les points de mesure présentés sont associés aux chicane 1, 2, 3 et 4 (de haut en bas respectivement).

cette campagne de colmatage par biofilm, une seule forme de spectre a été mesurée. C'est cette même forme que l'on retrouve logiquement après utilisation de la MCR-ALS. Dans le cas où deux espèces ont été retenues, les concentrations associées à ces espèces ont des évolutions inverses. Le croisement entre les courbes orange et bleu a lieu au du 25<sup>ème</sup> jour. C'est donc a priori à partir de ce jour que la présence de colmatage biologique est estimée. Dans les cas où 3 espèces ont été retenues, la tendance des courbes diffère. Sur la chicane 2, la courbe bleue diminue jusqu'à devenir nulle au 25<sup>ème</sup> jour. Les tendances des courbes jaune et orange semblent inversées et aucun croisement ne semble plus marqué. Sur la chicane 4, la courbe bleue décroît au cours du temps tandis que la courbe jaune croît. Un croisement a lieu entre la courbe orange et la courbe jaune au

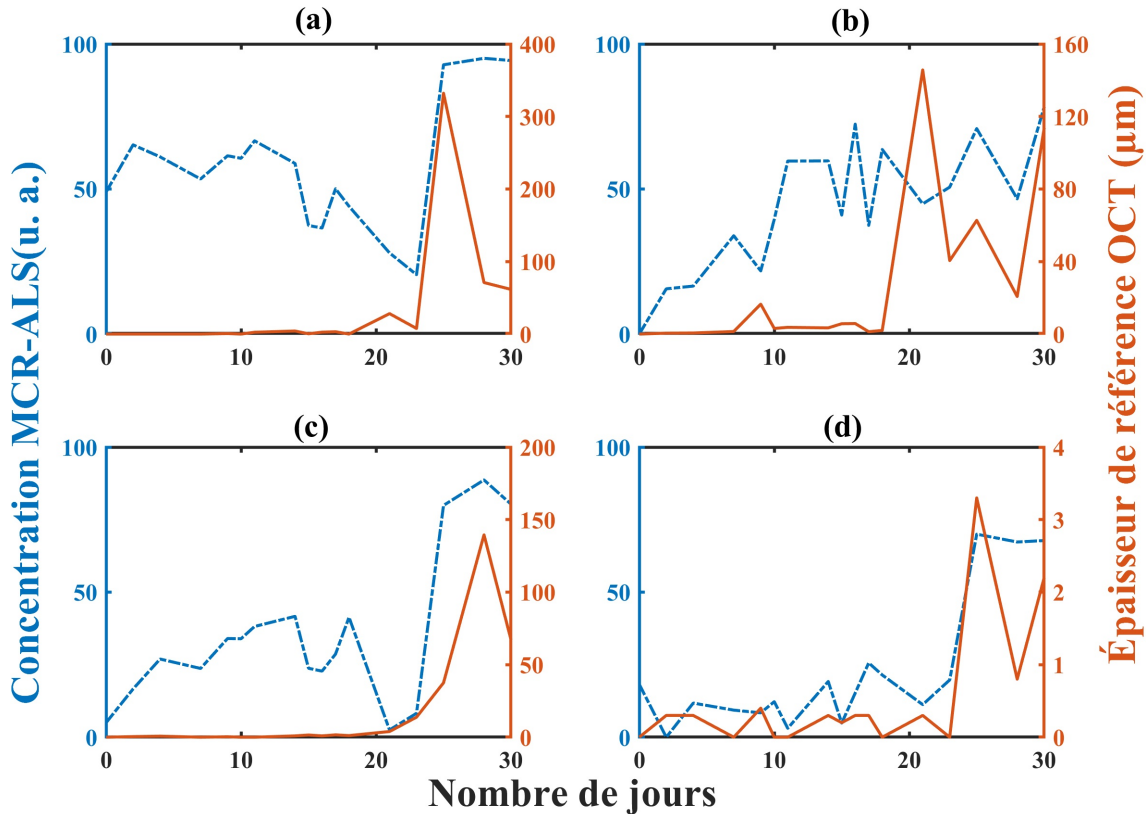
25<sup>ème</sup> jour. Il est possible qu'il s'agisse d'un signe de l'apparition du colmatage.

Contrairement aux cas de la Partie 1 de ce chapitre, la présence de colmatage biologique n'induit pas de variation spectrale observable visuellement. L'utilisation de la MCR-ALS permet de calculer des spectres purs mais ceux-ci ne sont pas clairement attribuables à des spectres connus qui pourraient clairement traduire la présence de biofilm. De plus, l'ajout d'une troisième composante traduisant le bruit a été nécessaire sur certains points. Il semble donc que la présence de bruit, pourtant peu importante, soit dommageable à la mesure. La mesure spectrale couplée à la MCR-ALS semble donc moins performante sur la détection du biofilm que sur la détection de la kaolinite et du carbonate de calcium. Cependant, les résultats de la MCR-ALS, ont été comparés aux mesures d'épaisseur (cumulée et maximale) pour déterminer si l'évolution de l'épaisseur de colmatage au cours du temps peut être approchée à partir des données spectrales.

- Comparaison avec l'épaisseur cumulée

La comparaison entre la concentration évaluée par MCR-ALS et l'épaisseur cumulée sur la hauteur du canal mesurée par OCT est présentée sur la Figure IV.12. Pour chaque point de mesure, le profil de concentration le plus proche de la mesure de référence a été retenu car il était impossible de se baser sur les spectres obtenus, qui sont similaires. La chicane 1 est celle qui était la plus touchée par le colmatage (voir Chapitre II). Ici, on remarque une épaisseur de biofilm plus élevée au 25<sup>ème</sup> jour qui diminue aux jours suivants. Cela traduit certainement un détachement du biofilm. La concentration calculée par MCR-ALS suit le pic au 25<sup>ème</sup> jour qui a une amplitude supérieure à 300  $\mu\text{m}$ . En revanche, le détachement de biofilm ne semble pas détecté, malgré une diminution de l'épaisseur de l'ordre de 200  $\mu\text{m}$ .

On remarque aussi que des variations sur les profils de concentration sont observables avant le 25<sup>ème</sup> jour alors qu'il ne devrait pas y avoir de colmatage. Pour la chicane 2, l'évolution de l'épaisseur fait 3 pics qui traduisent des événements de formation et de détachement de biofilm. Le premier de ces pics ayant une amplitude de 150  $\mu\text{m}$  n'est pas détecté par la méthode spectrale. Mais les deux pics suivants qui ont des amplitudes de 60  $\mu\text{m}$  et de 120  $\mu\text{m}$  le sont. De plus, le détachement ayant lieu entre ces deux pics est observable sur la courbe bleue, signifiant qu'il a été détecté par mesure spectrale. Sur la chicane 3, le pic qui se forme progressivement entre les jours 20 et 28 est détecté mais avec une évolution de l'épaisseur plus élevée au début.



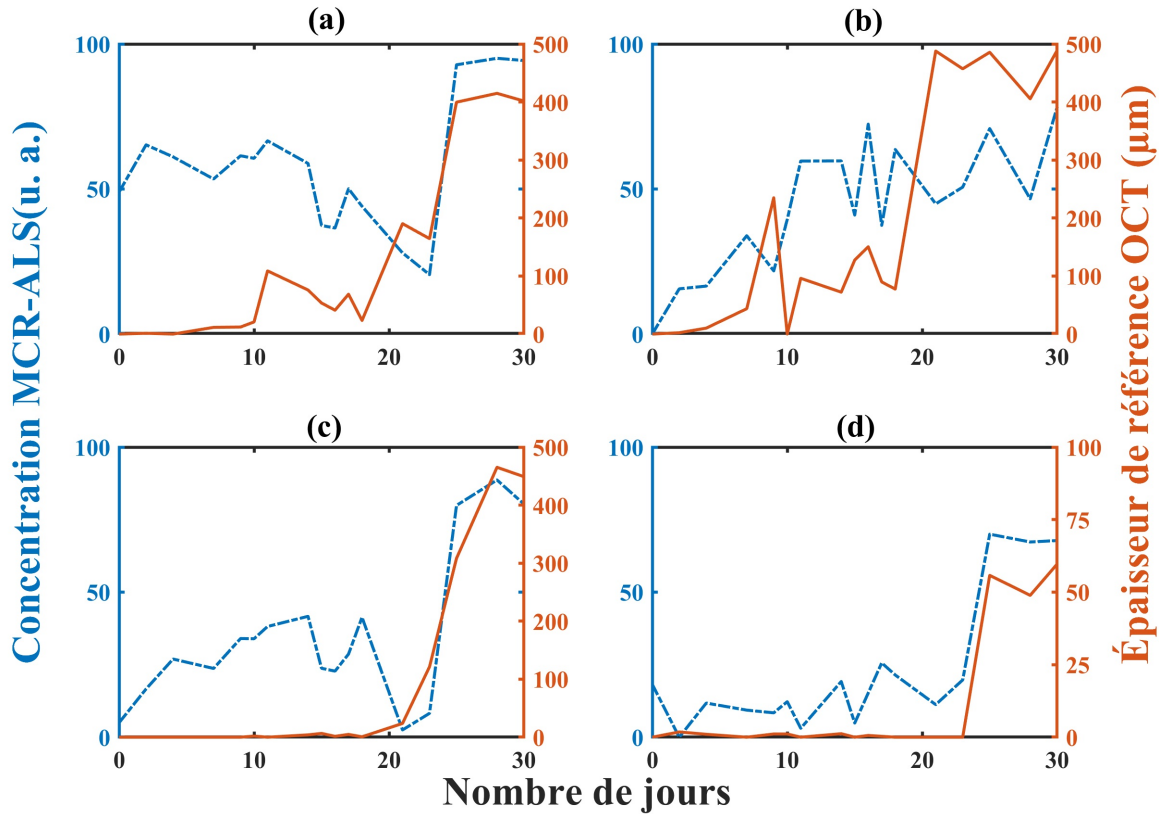
**FIGURE IV.12** – Comparaison entre l'épaisseur de biofilm cumulée mesurée par OCT (lignes pleines oranges) et les concentrations obtenues par MCR-ALS (lignes pointillées bleues). Les points présentés sont associés aux chicanes 1 (a), 2 (b), 3 (c) et 4 (d).

La décroissance de l'épaisseur après ce pic est aussi bien identifiable. Enfin, sur la chicane 4, malgré une épaisseur de biofilm ne dépassant jamais 5 µm, le pic de colmatage au 25<sup>ème</sup> jour est identifiable à partir des résultats de MCR-ALS. Le détachement qui suit est aussi visible mais est peu marqué. Pour tous les points suivis, les concentrations évaluées par MCR-ALS sont variables dans les premiers jours de campagne, où le colmatage n'était pas encore présent. Ces résultats seront discutés avec ceux obtenus par comparaison avec l'épaisseur maximale ci-après.

- Comparaison avec l'épaisseur maximale

La comparaison entre les résultats de MCR-ALS et l'épaisseur maximale de biofilm mesurée par OCT a été effectuée et est présentée sur la Figure IV.13.

Avec l'épaisseur maximale comme épaisseur de référence, peu de différences sont observables



**FIGURE IV.13** – Comparaison entre l'épaisseur de biofilm maximale mesurée par OCT (lignes pleines oranges) et les concentrations obtenues par MCR-ALS (lignes pointillées bleues). Les points présentés sont associés aux chicanes 1 (a), 2 (b), 3 (c) et 4 (d).

en comparaison de l'épaisseur cumulée. Néanmoins, le détachement observé sur la chicane 1 est moins important avec l'épaisseur maximale qu'avec l'épaisseur cumulée. Sur la chicane 2, l'épaisseur maximale croît entre le 18<sup>ème</sup> et le 20<sup>ème</sup> jour et ne diminue pas ensuite contrairement à l'épaisseur cumulée. Le profil de concentration semble correspondre à l'épaisseur maximale à partir de cette augmentation.

Globalement, le colmatage semble être détecté par la mesure spectrale et se traduit par une augmentation de la concentration obtenue par MCR-ALS. Cependant, avant la formation de colmatage, les profils ne correspondent pas à l'absence de colmatage. De plus, en l'absence d'une meilleure appréhension des spectres associés aux profils de concentrations, il est impossible d'être sûr que ces profils soient effectivement associés au colmatage biologique.

Les deux mesures de référence présentent peu de différences. Seule l'amplitude de l'épais-

seur considérée diffère. D'après les résultats de MCR-ALS, il n'est pas possible d'identifier quel paramètre traduit une variation entre les spectres. D'autres cas de figure pourraient être observés pour différencier plus nettement les deux mesures de référence et déterminer à laquelle la mesure spectrale correspond le mieux.

Dans tous les cas, les résultats obtenus par spectroscopie d'absorption couplée à la méthode MCR-ALS restent encourageants dans la mesure où l'apparition de colmatage semble observable. Toutefois, il est impossible d'être catégorique sur la capacité réelle de la spectroscopie d'absorption dans le proche infrarouge pour le suivi du colmatage biologique par mesure spectrale.

## IV.8 Discrimination du type de colmatage

À partir des données spectrales, un modèle de discrimination des types de colmatage a été établi. Dans cette étude, un modèle de PLS-DA a été construit à partir des spectres issus du traitement par MCR-ALS (voir Partie 1, section IV.2.5). Comme pour l'étude des colmatages par kaolinite et par carbonate, seuls les spectres associés à des épaisseurs de colmatage supérieures à 10  $\mu\text{m}$  ont été conservés. Pour le colmatage par biofilm, ce seuil a été appliqué sur l'épaisseur maximale afin de conserver un maximum d'échantillons. Le modèle ainsi établi permet de prédire la classe d'un échantillon de colmatage indépendant parmi les trois disponibles : kaolinite, carbonate de calcium et biofilm. Les résultats obtenus sur un jeu de test indépendant sont présentés via une matrice de confusion dans le Tableau IV.2.

La constitution du jeu de test n'est pas la même que dans les résultats présentés au Tableau IV.1, ce qui explique la différence du nombre d'échantillons dans les classes kaolinite et carbonate de calcium entre les deux tableaux. Ces résultats montrent que la prédiction du type de matériau colmatant est performante. Dans le pire des cas, cette prédiction est correcte à plus de 90%. La classe qui est la moins bien prédite par le modèle est la kaolinite dont 5 échantillons ont été attribués à la classe carbonate de calcium. La classe biofilm est parfaitement différenciée des deux autres. La différence entre kaolinite et carbonate de calcium est moins marquée qu'avec le biofilm. Les spectres associés au colmatage biologique sont comparables à ceux obtenus avec un canal vide tandis que ceux associés à la kaolinite et au carbonate de calcium présentent des pics associés à l'eau lorsque le colmatage devient important (voir section IV.3.1). Cela explique pourquoi la discrimination des

	n=261	Classes prédites			Précision des prédictions (%)
		Kaolinite	Carbonate de calcium	Biofilm	
Classes réelles	Kaolinite	75	5	0	93,8%
	Carbonate de calcium	1	113	0	99,1%
	Biofilm	0	0	67	100%

TABLE IV.2 – Matrice de confusion associée aux prédictions du modèle PLS-DA à trois classes sur le jeu de données indépendantes de test (261 individus)

spectres associés au colmatage biologique est aussi performante.

## IV.9 Conclusions

L'utilisation de la spectroscopie pour la détection et le suivi du colmatage par biofilm a été testée dans cette étude. Cette approche semble encourageante d'après les résultats obtenus. Néanmoins, une étude plus approfondie des spectres d'absorption liés à la présence de colmatage biologique dans ce contexte pourrait permettre de mieux interpréter les résultats obtenus par MCR-ALS. La réalisation d'un spectre de base sur la plaque en plexiglas pourrait permettre d'en éliminer la signature spectrale pour ne garder que celle du colmatage et de l'eau. La formation de colmatage biologique semble identifiable à partir des profils obtenus par MCR-ALS mais on remarque qu'en l'absence de colmatage, des variations dépassant parfois 50% de la concentration maximale sont présentes sur ces profils (voir Figures IV.12 et IV.13). En pratique, ces effets pourraient engendrer des mauvaises interprétations de la présence de colmatage. La réalisation de campagnes de mesure supplémentaires pourrait permettre de mieux cerner cette limite de détection.

Les trois types principaux de colmatage semblent donc pouvoir être suivis et discriminés par spectroscopie d'absorption. La spectroscopie d'absorption peut constituer une méthode de mesure couvrant plusieurs types de colmatage à des dimensions de mesure adaptées aux canaux de goutteurs. En tant que telle, cette méthode a un potentiel jusqu'alors inédit pour l'étude du colmatage.



L'application de cette méthode à des cas de colmatage réels et des cas de colmatage complexes pourrait être une étape suivante vers son développement.

# **Chapitre V**

## **Discussion générale et conclusion**

## V.1 Rappel des objectifs de la thèse

Le colmatage est un des facteurs les plus limitants à l'utilisation de l'irrigation au goutte-à-goutte. Il peut notamment altérer le débit d'irrigation et donc diminuer l'efficacité et l'uniformité de l'irrigation. Le colmatage peut se présenter sous trois formes principales : le colmatage physique, le colmatage chimique et le colmatage biologique. Les opérations de maintenance associées à chacun de ces types de colmatage diffèrent. Mais en pratique, il est très difficile d'appréhender la présence de colmatage et sa nature et de piloter les opérations de maintenance en fonction. À ce jour, aucune méthode ne permet de suivre le colmatage en plein champ directement au sein des goutteurs (Petit et al., 2022).

Le premier objectif de cette thèse était d'apporter des éléments d'analyse et de compréhension des mécanismes de colmatage en irrigation au goutte-à-goutte. Pour cela, le colmatage dans un contexte hydrodynamique proche de goutteurs réels a été étudié dans le but d'évaluer les différences entre les trois types de colmatage et d'estimer leur localisation préférentielle au sein des goutteurs d'irrigation. Une approche par modélisation de l'écoulement au sein des goutteurs a été réalisée pour étudier l'influence de l'écoulement sur le colmatage et déterminer les paramètres hydrodynamiques d'intérêt. Cette modélisation visait aussi à déterminer la localisation préférentielle du colmatage dans les goutteurs. Enfin, l'utilisation de la spectroscopie d'absorption pour l'étude du colmatage en irrigation au goutte-à-goutte a été testée. Cette méthode présente un potentiel fort dans la mesure où son applicabilité aux échelles des goutteurs et aux matériaux colmatants a été démontrée. Les observations du colmatage dans des dispositifs millifluidiques ont été confrontées aux mesures de spectroscopie d'absorption pour déterminer si cette approche était effectivement adaptée au suivi, à la quantification et à la qualification du colmatage au sein de goutteurs.

## V.2 Mécanismes de colmatage

Afin d'observer la formation de colmatage, une cellule millifluidique avec une face transparente a été utilisée. Des mesures d'OCT ont permis de déterminer la localisation et la quantité de trois types de colmatage au sein de cette cellule. Un colmatage par kaolinite (colmatage physique), un par carbonate de calcium (matériau associé au colmatage chimique) et un par biofilm (colmatage

biologique) ont ainsi pu être observés.

L'utilisation de l'OCT permet effectivement de localiser le colmatage au sein de la cellule. Mais cette méthode possède des limites, en particulier sur l'observation de matériaux inorganique. En effet, l'OCT fonctionne à une longueur d'onde de 930 nm. Cette longueur d'onde a été notamment retenue initialement car elle permet de traverser l'eau. L'OCT s'avère donc propice à l'étude de biofilms qui contiennent de l'eau. Mais à cette longueur d'onde, les phénomènes de diffusion sont engendrés par de sparticules solides sont trop importants pour avoir de l'information au delà des particules. L'OCT est une des seules méthodes à permettre une observation in situ en laboratoire. En effet, elle permet une mesure en trois dimensions sur une surface de quelques centimètres et ce, sans ajouter d'élément marqueur ou de préparation spécifique de l'échantillon. Les images acquises par OCT ont ainsi permis de visualiser le colmatage dans la cellule millifluidique et de calculer l'épaisseur de colmatage pour fournir une mesure de référence. Il s'agit de la première utilisation de l'OCT pour le suivi de matériaux inorganiques tels que la kaolinite et le carbonate de calcium. La mesure OCT ne permettant pas la mesure au travers d'éléments sous forme de particules solides, cela a induit certaines limites. Dans le cas du carbonate de calcium en particulier, le colmatage semble s'être formé sur le haut de la paroi mais les mesures d'OCT ne permettent pas de valider totalement cette hypothèse. Malgré cette limite, l'OCT a permis de localiser le colmatage au sein du canal millifluidique et d'avoir une quantification de ce dernier. Les images obtenues ont aussi permis d'effectuer des comparaisons avec les résultats de simulation numérique de l'écoulement et les mesures de spectroscopie. Le suivi du colmatage au cours du temps par OCT permet de mettre en évidence ces mécanismes et estimer leur impact sur le fonctionnement global du goutteur.

Les mécanismes de colmatage ont donc été identifiés au cours du temps avec un suivi régulier. Cela n'avait notamment jamais été fait sur les trois types de colmatage dans un contexte identique. Il en ressort que la kaolinite semble former des agrégats en présence de NaCl tandis que le carbonate de calcium se dépose en couches fines. Le biofilm nécessite plus de temps pour se former que les dépôts de kaolinite ou de carbonate de calcium et a été sujet à des événements de décrochage dans cette étude. Ces observations ont notamment permis de détecter les premières étapes de formation du colmatage et sa localisation dans le canal étudié. Ces aspects pourraient être approfondis en déterminant les mécanismes fondamentaux de dépôt, d'agrégation et d'abrasion qui les régissent ([Alince and van de Ven, 1993](#); [Henry et al., 2012](#)). Cette étude a été focalisée sur les 4 premières

chicanes car plusieurs travaux montrent qu'il s'agit des plus sensibles au colmatage (Ait-Mouheb et al., 2019; Lequette et al., 2020; Oliveira et al., 2020). Les résultats obtenus montrent que le colmatage se forme dans le second canal, qui suivait directement le premier et ce malgré l'absence de colmatage dans les dernières chicanes du premier canal. Il semble donc que les premières chicanes des canaux soient particulièrement propices au colmatage.

### V.3 Modélisation numérique de l'écoulement

La modélisation de l'écoulement a permis d'étudier l'évolution de paramètres hydrodynamiques et leur influence sur le colmatage. D'après la modélisation de la vitesse et de la turbulence, on remarque que deux zones d'écoulement se dégagent : un écoulement principal à vitesse élevée et des zones de vortex. L'écoulement principal présente une vitesse et une turbulence élevées et constitue la zone la moins touchée par le colmatage. À l'inverse, les zones de vortex, situées dans les chicanes sont propices au colmatage. La modélisation de l'écoulement permet donc dans une certaine mesure de localiser les zones sensibles au colmatage.

La comparaison des deux canaux aux nombres de Reynolds différents fait ressortir qu'un écoulement à vitesse et à turbulence plus élevées limite la formation de colmatage dans les quatre premières chicanes du canal. De plus, l'effet de la turbulence sur le colmatage n'a été observé qu'avec un nombre de Reynolds de 400. Cela semble indiquer qu'une valeur de turbulence minimale est nécessaire pour avoir un impact sur le colmatage.

D'après les résultats de corrélation obtenus et les observations OCT réalisées, les modèles d'écoulement peuvent aiguiller sur la localisation du colmatage. Dans ce cas, l'intérieur des chicanes, là où la vitesse d'écoulement est plus faible est la zone la plus propice au colmatage dans les quatre premières chicanes. Ces résultats permettent d'alimenter la réflexion sur le dimensionnement et le positionnement d'une éventuelle méthode de mesure in situ. En effet, il faudrait idéalement une méthode permettant une mesure dans ces zones de recirculation pour détecter le colmatage le plus tôt possible. Pour cela, la zone d'acquisition de la mesure doit être inférieure à la largeur du canal mais aussi suffisamment réduite pour être localisée dans la chicane et non au centre du canal. Enfin, ces approches doivent être adaptées pour chaque type de goutteur. Comme présenté en introduction de ce manuscrit, il existe de nombreux types de goutteurs aux géométries et aux fonctionnements

variés. Il existe donc autant de cas de figure qui nécessitent des modélisations différentes pouvant mettre en jeu des paramètres et de modèles variés.

Pour aller plus loin, l'utilisation de modèles de transport de particules et/ou de développement de biofilms pourrait être une approche intéressante. Certains travaux proposent déjà l'utilisation de la méthode des éléments discrets (DEM) pour modéliser le transport de particules (Trofa et al., 2019; Yang et al., 2020). Ces modélisations pourraient être validées expérimentalement via des études de Particle Tracking Velocimetry (PTV) notamment (Yu et al., 2018, 2019). D'autre part, l'étude de l'influence de la présence de colmatage sur l'écoulement n'a pas été traitée dans ce manuscrit. Il est possible de modifier la géométrie d'étude en fonction de la présence de colmatage pour étudier plus en détail les conséquences du colmatage sur l'écoulement (Fortunato et al., 2017). Ces pistes de développement pourraient offrir des modélisations de l'écoulement suffisamment performantes pour développer de nouveaux goutteurs d'une part et de mieux appréhender le colmatage d'autre part.

## **V.4 La spectroscopie d'absorption pour l'étude du colmatage**

### **V.4.1 Validation à l'échelle du laboratoire**

L'utilisation de la spectroscopie d'absorption, couplée à des méthodes d'analyse multivariées a été testée dans ce manuscrit pour l'étude du colmatage en irrigation au goutte-à-goutte. Une première étape a consisté à tester la méthode dans un contexte simplifié à savoir des coupelles en verre contenant les matériaux colmatants et de l'eau. Cette étape avait pour but de tester et de valider l'utilisation de la spectroscopie d'absorption pour la discrimination et la quantification de matériaux colmatants en présence d'eau. Dans ce contexte, l'utilisation de la spectroscopie a permis de discriminer deux types d'argiles (kaolinite et bentonite), du sable et des précipités de carbonate de calcium avec une précision de 90%. Elle a aussi permis d'en estimer l'épaisseur avec une précision de l'ordre de 150  $\mu\text{m}$  pour la kaolinite, la bentonite et le carbonate de calcium. Ces résultats ont montré le potentiel de la spectroscopie pour l'étude du colmatage physique et chimique. La présence d'eau n'a notamment pas affecté la capacité de la méthode pour la discrimination et la

quantification des matériaux colmatants.

Afin de tester l'application de la méthode sur un contexte plus proche de goutteurs réels, une cellule millifluidique représentant un canal de goutteur a été utilisée. Elle a été alimentée par des solutions favorisant le colmatage par kaolinite (physique), carbonate de calcium (chimique) et biofilm (biologique) au cours de trois campagnes différentes. Dans ce contexte, l'utilisation de la méthode MCR pour traiter les spectres d'absorption a permis d'estimer l'évolution du colmatage au cours du temps. Les résultats obtenus montrent que l'approche permet d'effectuer un suivi de deux types de colmatage (physique et chimique) et offre de perspectives encourageantes sur le suivi du colmatage biologique. De plus, la discrimination des matériaux colmatants a présenté d'excellents résultats dans ce contexte. Les résultats obtenus sur les biofilms nécessitent néanmoins d'être consolidés. Le suivi du colmatage biologique est plus complexe en raison de la quantité d'eau présente dans le biofilm. L'absorption du signal est donc forte, y compris en présence de biofilm et conduit à une mesure moins précise. Malgré cela, les résultats obtenus ont montré la capacité de la méthode à détecter la formation du colmatage biologique et à discriminer le biofilm des matériaux inorganiques. Ces résultats sont encourageants et ouvrent la voie à des essais plus poussés sur le suivi du biofilm.

La mesure de spectroscopie d'absorption est donc adaptée à la discrimination et au suivi du colmatage dans un contexte proche d'un goutteur réel. Ces résultats montrent que cette méthode permet de couvrir des matériaux associés au colmatage physique, chimique et biologique. Il est nécessaire de compléter cette étude avec des essais sur d'autres éléments issus du sol comme des limons ou des sables fins pour mieux cerner le colmatage physique.

D'après les résultats obtenus, il semble que la quantification et la discrimination du colmatage soit influencée par la présence d'eau et sa qualité. L'eau n'entrave pas la mesure mais les estimations de quantité et de type se font sur des spectres contenant la signature de l'eau. La quantification pourrait alors plutôt représenter la quantité d'eau présente dans le canal que la quantité de colmatage. De même, la performance de la discrimination, même en présence de peu de colmatage, laisse à penser que la présence de particules de kaolinite, de carbonates de calcium ou de bactéries et de sucre dans l'eau a une influence. Dans cette étude, ces aspects n'ont pas été confirmés et la réalisation d'autres expérimentations pourrait permettre de mieux cerner les paramètres influant sur la



mesure spectrale.

Ces aspects conduisent à d'autres interrogations. Dans les eaux d'irrigation de surface ou de nappe, les particules solides présentes sont issues du sol et peuvent donc être des limons ou des sables. Les résultats obtenus sont encourageants pour le suivi d'autres matériaux colmatants sous forme de particules solides comme les limons ou les sables. D'autre part, les cas de concentration ou de turbidité élevés seraient intéressants à tester. De plus, le cas des mélanges de matériaux n'a pas été traité ici. Dans le cas de mélange, l'utilisation des méthodes présentées dans ce manuscrit, notamment la PLS-DA, pourrait être insuffisante. En effet, en présence de plusieurs matériaux colmatants ou d'une eau véhiculant de multiples éléments, la classification pourrait être plus ardue. L'utilisation de la MCR pour déterminer les espèces présentes dans le mélange pourrait être une option dans ce cas.

L'utilisation d'une cellule millifluidique a permis d'effectuer de mesures de colmatage dans un canal similaire à celui de certains goutteurs. Le colmatage a ainsi pu s'y développer de manière réaliste tout en étant contrôlé. Cette cellule a une paroi transparente qui permet l'accès optique et qui a donc permis de valider l'approche. L'utilisation de tels dispositifs est pertinente pour l'étude du colmatage in situ et le développement de méthodes de suivi comme la spectroscopie d'absorption dans ces travaux. Néanmoins, les goutteurs réels ne sont pas transparents, les conditions ne sont pas contrôlées et les équipements utilisés pour la mesure sont actuellement trop encombrants et coûteux pour être employés en plein champ. À court terme, les résultats obtenus dans cette étude doivent être renforcés par la réalisation d'essais supplémentaires. Le suivi du colmatage biologique ainsi que la compréhension des spectres d'absorption doivent faire l'objet de travaux plus poussés. À moyen et long terme, une étape supplémentaire vers l'utilisation de la spectroscopie d'absorption pourrait être l'adaptation de l'approche à un contexte réel et plein champ.

## V.4.2 Vers une application en plein champ

La spectroscopie d'absorption permet donc de mesurer le colmatage en laboratoire. Mais plusieurs éléments sont à prendre en compte avant son application en plein champ. Ces limites sont notamment la source d'un commentaire récurrent :

*« Mais au final, ça ne marchera jamais en réalité ton truc »  
- Un collègue (bien intentionné, j'en suis certain)*

Le positionnement de la mesure sur l'installation doit être alimenté par une réflexion sur le colmatage d'un système complet. Comme précisé plus haut, l'utilisation de modèles d'écoulement pourrait aider au positionnement de la mesure sur le canal du goutteur. Ainsi, ces modèles pourraient permettre notamment de choisir des zones dans les canaux des goutteurs où focaliser la mesure pour détecter le colmatage le plus tôt possible. Il pourra aussi être nécessaire de déterminer quels goutteurs doivent faire l'objet d'un suivi. En effet, il semble peu réaliste d'installer une instrumentation de mesure sur l'intégralité des goutteurs d'une installation (qui peut en compter plusieurs centaines). Il faudrait donc identifier les goutteurs les plus sensibles au colmatage en termes de vitesse de développement ou de quantité pour avoir un suivi permettant de piloter la maintenance du système. Une autre approche pourrait être l'utilisation d'une partie de l'installation dédiée spécifiquement aux mesures de colmatage.

Il est nécessaire d'avoir un accès optique pour réaliser des mesures de spectroscopie d'absorption. Comme réalisé dans le cadre des travaux de [Lequette et al. \(2020\)](#), l'utilisation de gaines transparentes pourrait être une solution pour constituer des « goutteurs test » dédiés à la mesure. Mais dans ce cas, il faut être vigilant au matériau de la gaine et à son potentiel impact tant sur le développement du colmatage qui peut être différent des goutteurs classiques que sur la mesure de colmatage en elle-même qui pourrait être impactée. Une autre solution serait l'utilisation des fibres optiques comme dans les travaux de [Zimmerleiter et al., 2020](#)). Une fibre optique fixée sur la gaine pourrait permettre d'envoyer et de récupérer le signal lumineux sur le canal du goutteur. Dans tous les cas, l'installation de la mesure en plein champ nécessitera certainement des équipements adaptés. Ces aspects doivent être approfondis pour permettre l'utilisation de la méthode.

Le banc d'essai utilisé dans ce travail de thèse est particulièrement poussé, notamment pour permettre une mesure couvrant les longueurs d'ondes comprises entre 1100 et 2200 nm sur un spot de 100  $\mu\text{m}$ . Afin de « dégrader » cette technologie et permettre une mesure à la fois moins coûteuse et plus adaptée à une mesure embarquée en plein champ, plusieurs options peuvent être envisagées. Le choix des longueurs d'ondes peut être restreint pour avoir une source de lumière et un traitement du signal en entrée nécessitant un équipement moins complexe et coûteux. D'après les résultats obtenus ici, les longueurs d'ondes aux alentours de 1400 nm et 1450 nm sont celles qui contribuent le plus à la discrimination des types de colmatage. Se restreindre à ces longueurs d'ondes pourrait donc être suffisant pour avoir des mesures de colmatage. Ensuite, la mesure des spectres est réalisée par un spectromètre. Les travaux de [Zimmerleiter et al. \(2020\)](#) ont montré l'utilisation d'un spectromètre aux dimensions de l'ordre du centimètre avec un coût faible. L'utilisation de ce type de technologies pourrait ouvrir l'utilisation de la spectroscopie d'absorption au format capteur dans le contexte spécifique de l'irrigation au goutte-à-goutte.

Dans l'hypothèse d'une adaptation de la méthode au format capteur, d'autres questions techniques devront être abordées. Par exemple, la question du type de donnée renvoyé par le capteur ou encore la méthode de transmission et de stockage de ces données. Le lien avec les aspects de pilotage de la maintenance doit aussi être détaillé. Enfin, des essais de résistance aux conditions réelles de climat (température, pluie, vent) et aux aléas multiples et variés pouvant être rencontrés en plein champ devront être réalisés.

Les étapes à franchir avant de réellement concevoir un « capteur de colmatage » sont donc encore nombreuses et leur issue n'est pas certaine. Mais la méthode de base a été validée au cours de cette thèse et cela permet déjà de réfléchir aux campagnes d'essais à mener pour progresser dans cette voie.

## V.5 Conclusions

Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse de doctorat ont permis de progresser sur les questions liées au colmatage en irrigation au goutte-à-goutte. Les phénomènes de colmatage causés par trois matériaux ont été suivis au cours du temps, permettant d'apporter des éléments de compréhension des mécanismes. Ces travaux ont aussi permis de mettre en évidence l'absence actuelle de méthode de caractérisation du colmatage en plein champ. Pour répondre à ce besoin, l'utilisation de la spectroscopie d'absorption a été testée. Les résultats obtenus valident l'utilisation de cette méthode pour le suivi du colmatage par kaolinite et par carbonate de calcium dans un contexte proche de la réalité. Les résultats obtenus sur le colmatage biologique sont encourageants et ouvrent la voie des travaux plus poussés.

Afin d'envisager une compréhension plus poussée des mécanismes de colmatage ainsi qu'une application de la spectroscopie d'absorption en plein champ, certains verrous doivent être levés. D'une part, les mécanismes de colmatage sont nombreux et variés. L'étude de différents matériaux colmatants ainsi que des couplages de différents matériaux pourrait être intéressante pour mieux en cerner l'influence sur les goutteurs. D'autre part, l'utilisation de la spectroscopie d'absorption en plein champ représente un défi scientifique et technique. Une adaptation de l'instrumentation de mesure est nécessaire pour atteindre un format embarqué voire capteur. Pour cela, il convient de poursuivre le questionnement de la méthode, notamment sur les longueurs d'ondes nécessaires au suivi du colmatage et les équipements utilisables pour permettre une mesure in situ du colmatage.

# Bibliographie

- Adamchuk, V. I., Hummel, J. W., Morgan, M. T., and Upadhyaya, S. K. (2004). On-the-go soil sensors for precision agriculture. *Computers and Electronics in Agriculture*, 44(1) :71–91.
- Adin, A. (1986). Problems associated with particulate matter in water reuse for agricultural irrigation and their prevention. *Water Science and Technology*, 18(9) :185–195.
- Adin, A. and Sacks, M. (1991). Dripper–clogging factors in wastewater irrigation. *Journal of Irrigation and Drainage Engineering*, 117(6) :813–826.
- Ait-Mouheb, N., Bahri, A., Thayer, B. B., Benyahia, B., Bourrié, G., Cherki, B., Condom, N., Declercq, R., Gunes, A., Héran, M., Kitir, N., Molle, B., Patureau, D., Pollice, A., Rapaport, A., Renault, P., Riahi, K., Romagny, B., Sari, T., Sinfort, C., Steyer, J.-P., Talozzi, S., Topcuoglu, B., Turan, M., Wéry, N., Yıldırım, E., and Harmand, J. (2018). The reuse of reclaimed water for irrigation around the mediterranean rim : a step towards a more virtuous cycle? *Regional Environmental Change*, 18(3) :693–705.
- Ait-Mouheb, N., Schillings, J., Al-Muhammad, J., Bendoula, R., Tomas, S., Amielh, M., and Anselmet, F. (2019). Impact of hydrodynamics on clay particle deposition and biofilm development in a labyrinth-channel dripper. *Irrigation Science*, 37(1) :1–10.
- Al-Muhammad, J. (2016). *Flow in millimetric-channel : numerical and experimental study*. PhD thesis, Ecole Centrale de Marseille.
- Al-Muhammad, J., Tomas, S., Ait-Mouheb, N., Amielh, M., and Anselmet, F. (2018). Micro-piv characterization of the flow in a milli-labyrinth-channel used in drip irrigation. *Experiments in Fluids*, 59(12) :1–16.

- Al-Muhammad, J., Tomas, S., Ait-Mouheb, N., Amielh, M., and Anselmet, F. (2019). Experimental and numerical characterization of the vortex zones along a labyrinth milli-channel used in drip irrigation. *International Journal of Heat and Fluid Flow*, 80 :108500.
- Albaji, M., Golabi, M., Boroomand Nasab, S., and Zadeh, F. N. (2015). Investigation of surface, sprinkler and drip irrigation methods based on the parametric evaluation approach in jaizan plain. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*, 14(1) :1–10.
- Alinec, B. and van de Ven, T. (1993). Kinetics of colloidal particle deposition on pulp fibers 2. deposition of clay on fibers in the presence of poly(ethylenimine). *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 71(1) :105–114.
- Becerra-Castro, C., Lopes, A. R., Vaz-Moreira, I., Silva, E. F., Manaia, C. M., and Nunes, O. C. (2015). Wastewater reuse in irrigation : a microbiological perspective on implications in soil fertility and human and environmental health. *Environment international*, 75 :117–135.
- Berho, C., Pouet, M.-C., Bayle, S., Azema, N., and Thomas, O. (2004). Study of uv-vis response of mineral suspensions in water. *Colloids and Surfaces*, 248(1-3) :9–16.
- Bounoua, S. (2010). *Étude du colmatage des systèmes d'irrigation localisée*. PhD thesis, Université de Provence Aix-Marseille 1.
- Bounoua, S., Tomas, S., Labille, J., Molle, B., Granier, J., Haldenwang, P., and Izzati, S. N. (2016). Understanding physical clogging in drip irrigation : in situ, in-lab and numerical approaches. *Irrigation Science*, 34(4) :327–342.
- Boutin, C., Héduit, A., and Helmer, J.-M. (2009). Technologies d'épuration en vue d'une réutilisation des eaux usées traitées (reut), thèse de doctorat.
- Bucks, D. A., Nakayama, F. S., and Gilbert, R. G. (1979). Trickle irrigation water quality and preventive maintenance. *Agricultural Water Management*, 2(2) :149–162.
- Büning-Pfaue, H. (2003). Analysis of water in food by near infrared spectroscopy. *Food Chemistry*, 82(1) :107–115.

- Camp, C. R., Lamm, F. R., Evans, R. G., and Phene, C. J. (2000). Subsurface drip irrigation - past, present, and future.
- de Camargo, A. P., Molle, B., Tomas, S., and Frizzone, J. A. (2014). Assessment of clogging effects on lateral hydraulics : proposing a monitoring and detection protocol. *Irrigation Science*, 32(3) :181–191.
- de Juan, A., Rutan, S. C., and Tauler, R. (2009). Two-way data analysis : Multivariate curve resolution – iterative resolution methods. In Brown, S. D., Tauler, R., and Walczak, B., editors, *Comprehensive Chemometrics : Chemical and Biochemical Data Analysis*, pages 325–344. Elsevier, Oxford.
- Delgado, A. V., González-Caballero, F., Hunter, R. J., Koopal, L. K., and Lyklema, J. (2007). Measurement and interpretation of electrokinetic phenomena. *Journal of Colloid and Interface Science*, 309(2) :194–224.
- Demir, V., Yürdem, H., Yazgi, A., and Günhan, T. (2019). Measurement and prediction of total friction losses in drip irrigation laterals with cylindrical integrated in-line drip emitters using cfd analysis method. *Tarım Bilimleri Dergisi*, 25(3) :354–366.
- Durbin, P. A. (1996). On the k-epsilon stagnation point anomaly. *International Journal of Heat and Fluid Flow*, 17(1) :89–90.
- El Bouhali, M., Ouarriche, H., Bouisfi, F., and Chaoui, M. (2020). Clogging investigation of pressure compensating button emitters : an experimental study of four types. *Environmental Science and Pollution Research*, 27(35) :44325–44332.
- Feng, J., Li, Y., Wang, W., and Xue, S. (2018). Effect of optimization forms of flow path on emitter hydraulic and anti-clogging performance in drip irrigation system. *Irrigation Science*, 36(1) :37–47.
- Fortunato, L., Qamar, A., Wang, Y., Jeong, S., and Leiknes, T. (2017). In-situ assessment of biofilm formation in submerged membrane system using optical coherence tomography and computational fluid dynamics. *Journal of Membrane Science*, 521 :84–94.



- Gamri, S. (2014). Réutilisation des eaux usées traitées en irrigation localisée : impacts des conditions d'écoulement et des matériaux sur le développement de biofilms, thèse de doctorat.
- Garrido, M., Rius, F. X., and Larrechi, M. S. (2008). Multivariate curve resolution-alternating least squares (mcr-als) applied to spectroscopic data from monitoring chemical reactions processes. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 390(8) :2059–2066.
- Geladi, P. and Kowalski, B. R. (1986). Partial least-squares regression : a tutorial. *Analytica Chimica Acta*, 185 :1–17.
- Gilbert, R. G., Nakayama, F. S., Bucks, D. A., French, O. F., and Adamson, K. C. (1981). Trickle irrigation : Emitter clogging and other flow problems. *Agricultural Water Management*, 3(3) :159–178.
- Golub, G. H. and Van-Loan, C. F. (1989). *Matrix computations*. The Johns Hopkins University Press, Baltimore.
- Greve, P., Kahil, T., Mochizuki, J., Schinko, T., Satoh, Y., Burek, P., Fischer, G., Tramberend, S., Burtscher, R., Langan, S., and Wada, Y. (2018). Global assessment of water challenges under uncertainty in water scarcity projections. *Nature Sustainability*, 1(9) :486–494.
- Grotjeans, H. and Menter, F. R. (1998). Wall functions for general application cfd codes. *Computational Fluid Dynamics'98*, pages 1112–1117.
- Gudipaty, T., Stamm, M. T., Cheung, L. S. L., Jiang, L., and Zohar, Y. (2011). Cluster formation and growth in microchannel flow of dilute particle suspensions. *Microfluidics and Nanofluidics*, 10(3) :661–669.
- Hamaker, H. C. (1937). The london—van der waals attraction between spherical particles. *Physica*, 4(10) :1058–1072.
- Henry, C., Minier, J.-P., and Lefèvre, G. (2012). Towards a description of particulate fouling : from single particle deposition to clogging. *Advances in Colloid and Interface Science*, 185-186 :34–76.

- Hills, D. J., Nawar, F. M., and Waller, P. M. (1989). Effects of chemical clogging on drip-tape irrigation uniformity. *Transactions of the ASAE*, 32(4) :1202–1206.
- Horn, H., Reiff, H., and Morgenroth, E. (2003). Simulation of growth and detachment in bio-film systems under defined hydrodynamic conditions. *Biotechnology and Bioengineering*, 81(5) :607–617.
- Jaumot, J., de Juan, A., and Tauler, R. (2015). Mcr-als gui 2.0 : New features and applications. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 140 :1–12.
- Javier, L., Farhat, N. M., Desmond, P., Linares, R. V., Bucs, S., Kruithof, J. C., and Vrouwenvelder, J. S. (2020). Biofouling control by phosphorus limitation strongly depends on the assimilable organic carbon concentration. *Water Research*, 183 :116051.
- Jiménez-Cisneros, B. (1996). Wastewater reuse to increase soil productivity. *Water Science and Technology*, 32(12).
- Jurayev, A. Q., Jurayev, U. A., Atamurodov, B. N., Najmiddinov, M. M., and Sobirov, K. S. (2021). Scientific benefits and efficiency of drip irrigation. *Journal of Ethics and Diversity in International Communication*, 1(6) :62–64.
- Kambou, D., Xanthoulis, D., Ouattara, K., and Degré, A. (2014). Concepts d'efficience et de productivité de l'eau (synthèse bibliographique). *Biotechnologie Agronomie Société et Environnement*, 18(1) :1–13.
- Karmeli, D. (1977). Classification and flow regime analysis of dripper. *Journal of Agricultural Engineering Research*, 22 :165–173.
- Katz, S., Wagner, M., Horn, H., Tarchitzky, J., and Chen, Y. (2018). Size and stability of suspended aggregates in municipal effluents containing montmorillonite, bacteria and fulvic acid. *Irrigation Science*, 36(4-5) :203–216.
- Kuzmin, D., Turek, S., and Mierka, O. (2007). On the implementation of the k-epsilon turbulence model in incompressible flow solvers based on a finite element discretization. *International Journal of Computing Science and Mathematics*, 1(2-4) :193–206.

- Lamm, F. R., Ayars, J. E., and Nakayama, F. S. (2006). *Microirrigation for crop production : Design, operation, and management*, volume 13 of *Developments in Agricultural Engineering*. Elsevier, Amsterdam and Boston, 1st ed. edition.
- Lavanholi, R., Pires de Camargo, A., Bombardelli, W. W. Á., Frizzone, J. A., Ait-Mouheb, N., Alberto da Silva, E., and Correia de Oliveira, F. (2020). Prediction of pressure–discharge curves of trapezoidal labyrinth channels from nonlinear regression and artificial neural networks. *Journal of Irrigation and Drainage Engineering*, 146(8) :04020018.
- Lee, L. C., Liong, C.-Y., and Jemain, A. A. (2018). Partial least squares-discriminant analysis (pls-da) for classification of high-dimensional (hd) data : a review of contemporary practice strategies and knowledge gaps. *Analyst*, 143(15) :3526–3539.
- Lequette, K., Ait-Mouheb, N., Adam, N., Muffat-Jeandet, M., Bru-Adan, V., and Wéry, N. (2021). Effects of the chlorination and pressure flushing of drippers fed by reclaimed wastewater on biofouling. *The Science of the total environment*, 758 :143598.
- Lequette, K., Ait-Mouheb, N., and Wéry, N. (2019). Drip irrigation biofouling with treated wastewater : bacterial selection revealed by high-throughput sequencing. *Biofouling*, 35(2) :217–229.
- Lequette, K., Ait-Mouheb, N., and Wéry, N. (2020). Hydrodynamic effect on biofouling of millilabyrinth channel and bacterial communities in drip irrigation systems fed with reclaimed wastewater. *The Science of the total environment*, 738 :139778.
- Levy, G., Fine, P., and Bar-Tal, A. (2011). *Treated Wastewater in Agriculture : Use and impacts on the soil environments and crops*. John Wiley & Sons, New York, NY, 1., Auflage edition.
- Li, Q., Xia, P.-F., Tao, Z.-Y., and Wang, S.-G. (2017). Modeling biofilms in water systems with new variables : A review. *Water*, 9(7) :462.
- Luckham, P. F. and Rossi, S. (1999). The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions. *Advances in Colloid and Interface Science*, 82(1) :43–92.
- Lyklema, J. (2005). *Fundamentals of Interface and Colloid Science, Volume V : Soft Colloids*, volume 5 of *Fundamentals of interface and colloid science*. Elsevier, Burlington.

- Mas, S., Carbó, A., Lacorte, S., de Juan, A., and Tauler, R. (2011). Comprehensive description of the photodegradation of bromophenols using chromatographic monitoring and chemometric tools. *Talanta*, 83(4) :1134–1146.
- Mekonnen, M. and Hoekstra, A. (2016). Four billion people facing severe water scarcity. *Science Advances*, 2 :e1500323–e1500323.
- Molle, B., Tomas, S., Huet, L., Audouard, M., Olivier, Y., and Granier, J. (2016). Experimental approach to assessing aerosol dispersion of treated wastewater distributed via sprinkler irrigation. *Journal of Irrigation and Drainage Engineering*, 142(9) :04016031.
- Muniz, G. L., Camargo, A. P., Signorelli, F., Bertran, C. A., Pereira, D. J., and Frizzone, J. A. (2022). Influence of suspended solid particles on calcium carbonate fouling in dripper labyrinths. *Agricultural Water Management*, 273 :107890.
- Nakayama, F. S. and Bucks, D. A. (1981). Emitter clogging effects on trickle irrigation uniformity. *Transactions of the ASAE*, 24(1) :0077–0080.
- Niu, W., Liu, L., and Chen, X. (2013). Influence of fine particle size and concentration on the clogging of labyrinth emitters. *Irrigation Science*, 31(4) :545–555.
- Norton, T. and Sun, D.-W. (2006). Computational fluid dynamics (cfd) – an effective and efficient design and analysis tool for the food industry : A review. *Trends in Food Science & Technology*, 17(11) :600–620.
- Ofori, S., Puškáčová, A., Růžičková, I., and Wanner, J. (2021). Treated wastewater reuse for irrigation : Pros and cons. *The Science of the total environment*, 760 :144026.
- Oliveira, F. C., Lavanholi, R., Camargo, A. P. d., Frizzone, J. A., Ait-Mouheeb, N., Tomas, S., and Molle, B. (2017). Influence of concentration and type of clay particles on dripper clogging. *Irrigation & Drainage Systems Engineering*, 6(1) :184–189.
- Oliveira, F. C., Lavanholi, R., de Camargo, A. P., Ait-Mouheeb, N., Frizzone, J. A., Tomas, S., and Molle, B. (2020). Clogging of drippers caused by suspensions of kaolinite and montmorillonite clays. *Irrigation Science*, 38(1) :65–75.

- Oliver, M. M. H., Hewa, G. A., and Pezzaniti, D. (2014). Bio-fouling of subsurface type drip emitters applying reclaimed water under medium soil thermal variation. *Agricultural Water Management*, 133 :12–23.
- Peterson, E. S. and Summers, R. S. (2021). Removal of effluent organic matter with biofiltration for potable reuse : A review and meta-analysis. *Water Research*, 199 :117180.
- Petit, J., Ait-Mouheb, N., Mas García, S., Metz, M., Molle, B., and Bendoula, R. (2021). Potential of visible/near infrared spectroscopy coupled with chemometric methods for discriminating and estimating the thickness of clogging in drip-irrigation. *Biosystems Engineering*, 209 :246–255.
- Petit, J., García, S. M., Molle, B., Bendoula, R., and Ait-Mouheb, N. (2022). Methods for drip irrigation clogging detection, analysis and understanding : State of the art and perspectives. *Agricultural Water Management*, 272 :107873.
- Phelan, M. K., Barlow, C. H., Kelly, J. J., Jinguji, T. M., and Callis, J. B. (1989). Measurement of caustic and caustic brine solutions by spectroscopic detection of the hydroxide ion in the near-infrared region, 700-1150 nm. *Analytical Chemistry*, 61(13) :1419–1424.
- Pinto, M. F., Molle, B., Alves, D. G., Ait-Mouheb, N., Camargo, A. P. d., and Frizzone, J. A. (2017). Flow rate dynamics of pressure-compensating drippers under clogging effect. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, 21(5) :304–309.
- Pitts, D. J., Haman, D. Z., and Smajstrla, A. G. (2003). Causes and prevention of emitter plugging in microirrigation systems. page 13.
- Pope, S. B. (2000). *Turbulent flows*. Cambridge University Press, Cambridge.
- Puig-Bargués, J., Arbat, G., Barragán, J., and Ramírez de Cartagena, F. (2005). Hydraulic performance of drip irrigation subunits using wwtp effluents. *Agricultural Water Management*, 77(1) :249–262.
- Qian, J., Horn, H., Tarchitzky, J., Chen, Y., Katz, S., and Wagner, M. (2017). Water quality and daily temperature cycle affect biofilm formation in drip irrigation devices revealed by optical coherence tomography. *Biofouling*, 33(3) :211–221.

- R Core Team (2017). R : A language and environment for statistical computing.
- Ramachandru, V. R. and Kasa, R. R. (2020). Non-destructive characterization of physical and chemical clogging in cylindrical drip emitters. *Heliyon*, 6(10) :e05327.
- Rizk, N. (2017). Caractérisation du colmatage chimique et biologique et leurs interactions au sein d'un dispositif de micro-irrigation dans le contexte de la réutilisation des eaux usées épurées en irrigation, thèse de doctorat. page 240.
- Rizk, N., Ait-Mouheb, N., Bourrié, G., Molle, B., and Roche, N. (2017). Parameters controlling chemical deposits in micro-irrigation with treated wastewater. *Journal of Water Supply : Research and Technology - Aqua*, 66(8) :587–597.
- Saxena, N. N. (2021). A literature review on drip irrigation system. *International Journal of Modern Agriculture*, 10(1) :690–696.
- Schindelin, J., Arganda-Carreras, I., Frise, E., Kaynig, V., Longair, M., Pietzsch, T., Preibisch, S., Rueden, C., Saalfeld, S., Schmid, B., Tinevez, J.-Y., White, D. J., Hartenstein, V., Eliceiri, K., Tomancak, P., and Cardona, A. (2012). Fiji : an open-source platform for biological-image analysis. *Nature Methods*, 9(7) :676–682.
- Sehar, S. and Naz, I. (2017). Role of the biofilms in wastewater treatment. In Dhanasekaran, D. and Thajuddin, N., editors, *Microbial biofilms - Importance and applications*. InTech, Croatia.
- Sinclair, T. R., Tanner, C. B., and Bennett, J. M. (1984). Water-use efficiency in crop production. *BioScience*, 34(1) :36–40.
- Stoodley, P., deBeer, D., and Lappin-Scott, H. M. (1997). Influence of electric fields and ph on biofilm structure as related to the bioelectric effect. *Antimicrobial agents and chemotherapy*, 41(9) :1876–1879.
- Stoodley, P. and Warwood, B. K. (2003). Use of flow cells and annular reactors to study biofilms. In Lens, P., O'Flaherty, V., Moran, A., Stoodley, P., and Mahony, T., editors, *Biofilms in Industry, Medicine and Environmental Biotechnology - Characteristics, analysis and control.*, pages 197–213. IWA Publishing, London, United Kingdom.

- Tarchitzky, J., Rimon, A., Kenig, E., Dosoretz, C. G., and Chen, Y. (2013). Biological and chemical fouling in drip irrigation systems utilizing treated wastewater. *Irrigation Science*, 31(6) :1277–1288.
- Tauler, R. (1995). Multivariate curve resolution applied to second order data. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 30(1) :133–146.
- Tauler, R., Smilde, A., and Kowalski, B. (1995). Selectivity, local rank, three-way data analysis and ambiguity in multivariate curve resolution. *Journal of Chemometrics*, 9(1) :31–58.
- Tidwell, J. E., Dawson-Andoh, B., Adedipe, E. O., Nkansah, K., and Dietz, M. J. (2015). Can near-infrared spectroscopy detect and differentiate implant-associated biofilms? *Clinical orthopaedics and related research*, 473(11) :3638–3646.
- Trofa, M., D’Avino, G., Sicignano, L., Tomaiuolo, G., Greco, F., Maffettone, P. L., and Guido, S. (2019). Cfd-dem simulations of particulate fouling in microchannels. *Chemical Engineering Journal*, 358 :91–100.
- UNESCO (2020). World water development report 2020 – water and climate change.
- Ungureanu, N., Vlăduț, V., and Voicu, G. (2020). Water scarcity and wastewater reuse in crop irrigation. *Sustainability*, 12(21) :9055.
- Van der Kooij, S., Zwarteveen, M., Boesveld, H., and Kuper, M. (2013). The efficiency of drip irrigation unpacked. *Agricultural Water Management*, 123 :103–110.
- Van Maele, K., Merci, B., and Dick, E. (2003). Comparative study of k-epsilon turbulence models in inert and reacting swirling flows. In *Fluid Dynamics and Co-located Conferences*.
- Velasco-Muñoz, J., Aznar-Sánchez, J., Belmonte-Ureña, L., and López-Serrano, M. (2018). Advances in water use efficiency in agriculture : A bibliometric analysis. *Water*, 10(4) :377.
- Viscarra Rossel, R. A., Walvoort, D. J. J., McBratney, A. B., Janik, L. J., and Skjemstad, J. O. (2006). Visible, near infrared, mid infrared or combined diffuse reflectance. *Geoderma*, 131.
- Wagner, M. and Horn, H. (2017). Optical coherence tomography in biofilm research : A comprehensive review. *Biotechnology and Bioengineering*, 114.

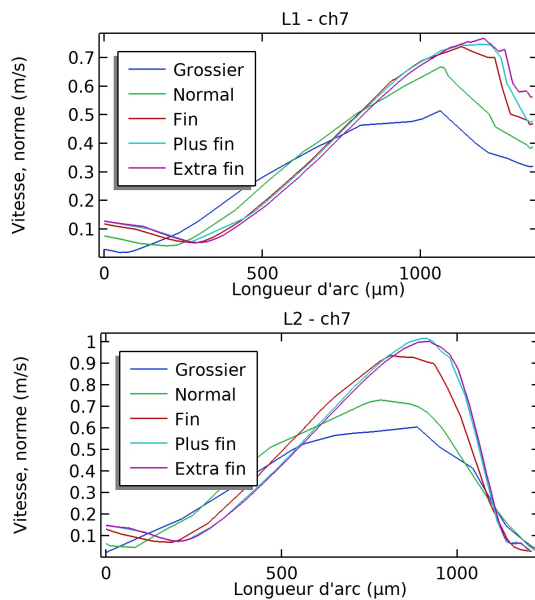
- Wang, T., Guo, Z., and Kuo, C.-T. (2019). Effects of mixing yellow river water with brackish water on the emitter's clogging substance and solid particles in drip irrigation. *SN Applied Sciences*, 1(10) :914.
- Wei, Q., Shi, Y., Dong, W., Lu, G., and Huang, S. (2006). Study on hydraulic performance of drip emitters by computational fluid dynamics. *Agricultural Water Management*, 84(1-2) :130–136.
- Wilcox, D. C. (1998). *Turbulence modeling for CFD*. DCW Industries, La Canada, CA.
- Windig, W. (1992). Self-modeling mixture analysis of spectral data with continuous concentration profiles. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 16(1) :1–16.
- Wold, S., Albano, C., Dunn, W. J., Edlund, U., Esbensen, K., Geladi, P., Hellberg, S., Johansson, E., Lindberg, W., and Sjöström, M. (1984). Multivariate data analysis in chemistry. In Kowalski, B. R., editor, *Chemometrics*, pages 17–95. Springer International Publishing, Cham.
- Workman, J. J. (1996). Interpretive spectroscopy for near infrared. *Applied Spectroscopy Reviews*, 31(3) :251–320.
- World Resources Institute (2020). Wri annual report 2019-20.
- Wu, D., Li, Y.-k., Liu, H.-s., Yang, P.-l., Sun, H.-s., and Liu, Y.-z. (2013). Simulation of the flow characteristics of a drip irrigation emitter with large eddy methods. *Mathematical and Computer Modelling*, 58(3-4) :497–506.
- Wu, I. P. and Gitling, H. M. (1983). Drip irrigation application efficiency and schedules. *Transactions of the ASAE*.
- Yan, D., Bai, Z., Rowan, M., Gu, L., Shumei, R., and Yang, P. (2009). Biofilm structure and its influence on clogging in drip irrigation emitters distributing reclaimed wastewater. *Journal of Environmental Sciences*, 21(6) :834–841.
- Yang, B., Wang, J., Zhang, Y., Wang, H., Ma, X., and Mo, Y. (2020). Anti-clogging performance optimization for dentiform labyrinth emitters. *Irrigation Science*, 38(3) :275–285.



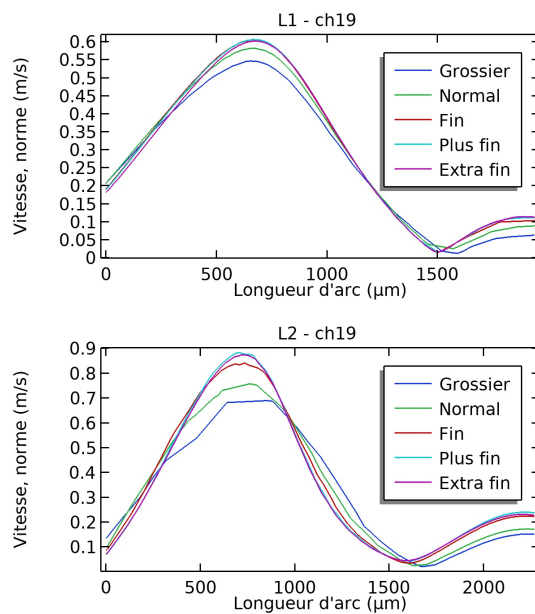
- Yao, Y. and Habimana, O. (2019). Biofilm research within irrigation water distribution systems : Trends, knowledge gaps, and future perspectives. *Science of The Total Environment*, 673 :254–265.
- Yazar, A. (1984). Evaporation and drift losses from sprinkler irrigation systems under various operating conditions. *Agricultural Water Management*, 8(4) :439–449.
- Yu, L., Li, N., Liu, X., Yang, Q., Li, Z., and Long, J. (2019). Influence of dentation angle of labyrinth channel of drip emitters on hydraulic and anti-clogging performance. *Irrigation and Drainage*, 68(2) :256–267.
- Yu, L., Li, N., Long, J., Liu, X., and Yang, Q. (2018). The mechanism of emitter clogging analyzed by cfd–dem simulation and ptv experiment : Advances in mechanical engineering, 10(1), 168781401774302. *Advances in Mechanical Engineering*, 10(1) :168781401774302.
- Zhangzhong, L., Peiling, Y., Shumei, R., Yunkai, L., Yu, L., and Yuhong, X. (2016). Chemical clogging of emitters and evaluation of their suitability for saline water drip irrigation. *Irrigation and Drainage*, 65(4) :439–450.
- Zhangzhong, L., Yang, P., Zhen, W., Zhang, X., and Wang, C. (2019). A kinetic model for the chemical clogging of drip irrigation system using saline water. *Agricultural Water Management*, 223 :105696.
- Zhou, H., Li, Y., Wang, Y., Zhou, B., and Bhattarai, R. (2019). Composite fouling of drip emitters applying surface water with high sand concentration : Dynamic variation and formation mechanism. *Agricultural Water Management*, 215 :25–43.
- Zimmerleiter, R., Leiss-Holzinger, E., Wagner, E. M., Kober-Rychli, K., Wagner, M., and Brandstetter, M. (2020). Inline biofilm monitoring based on near-infrared spectroscopy with ultracompact spectrometer technology. *NIR news*, 31(7-8) :9–13.

## **Annexe A**

### **Indépendance de maillage**



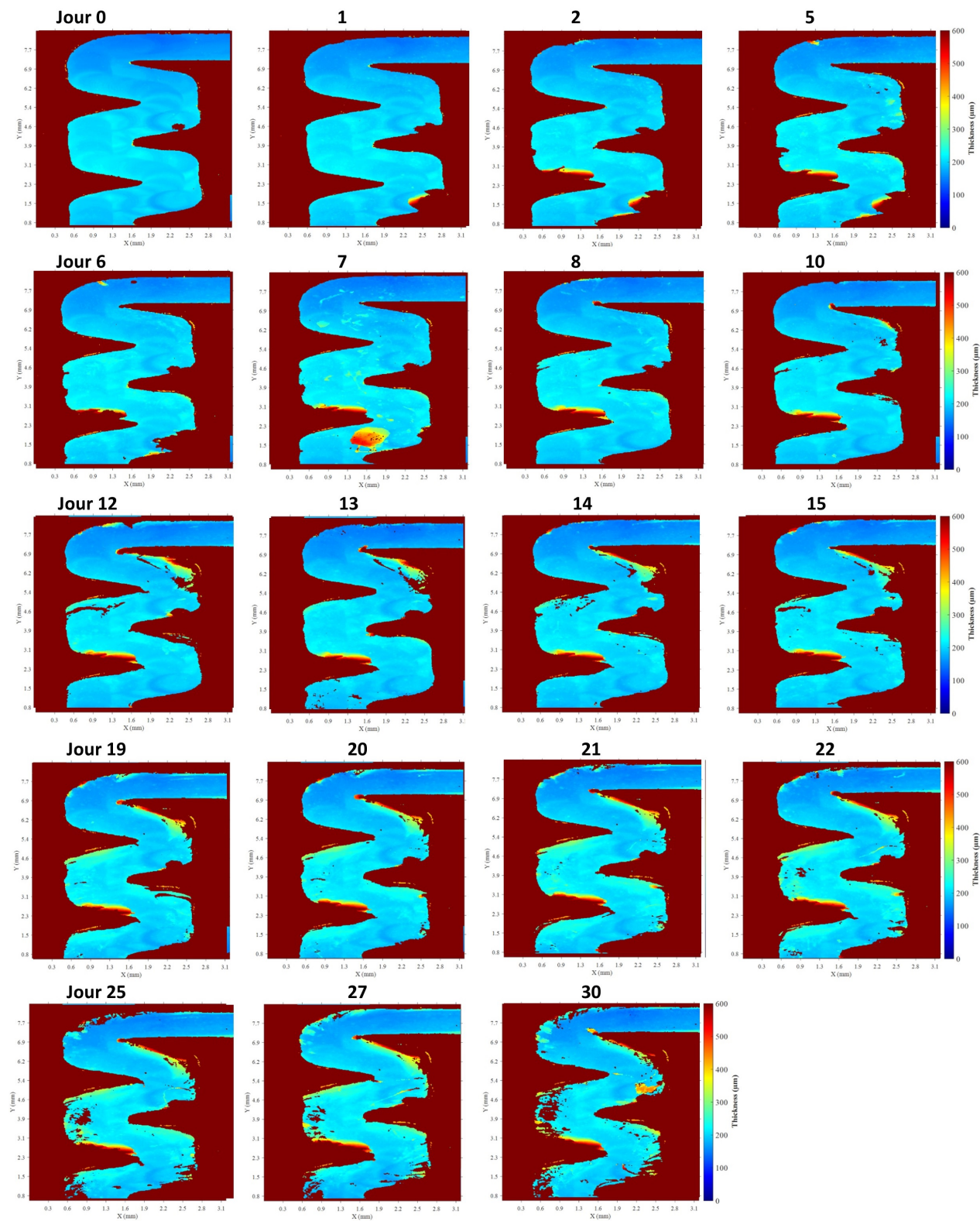
**FIGURE A.1** – Profils de vitesse au niveau de la septième chicane pour (a) le canal 1 et (b) le canal 2 pour différents maillages avec le modèle  $k-\epsilon$ .



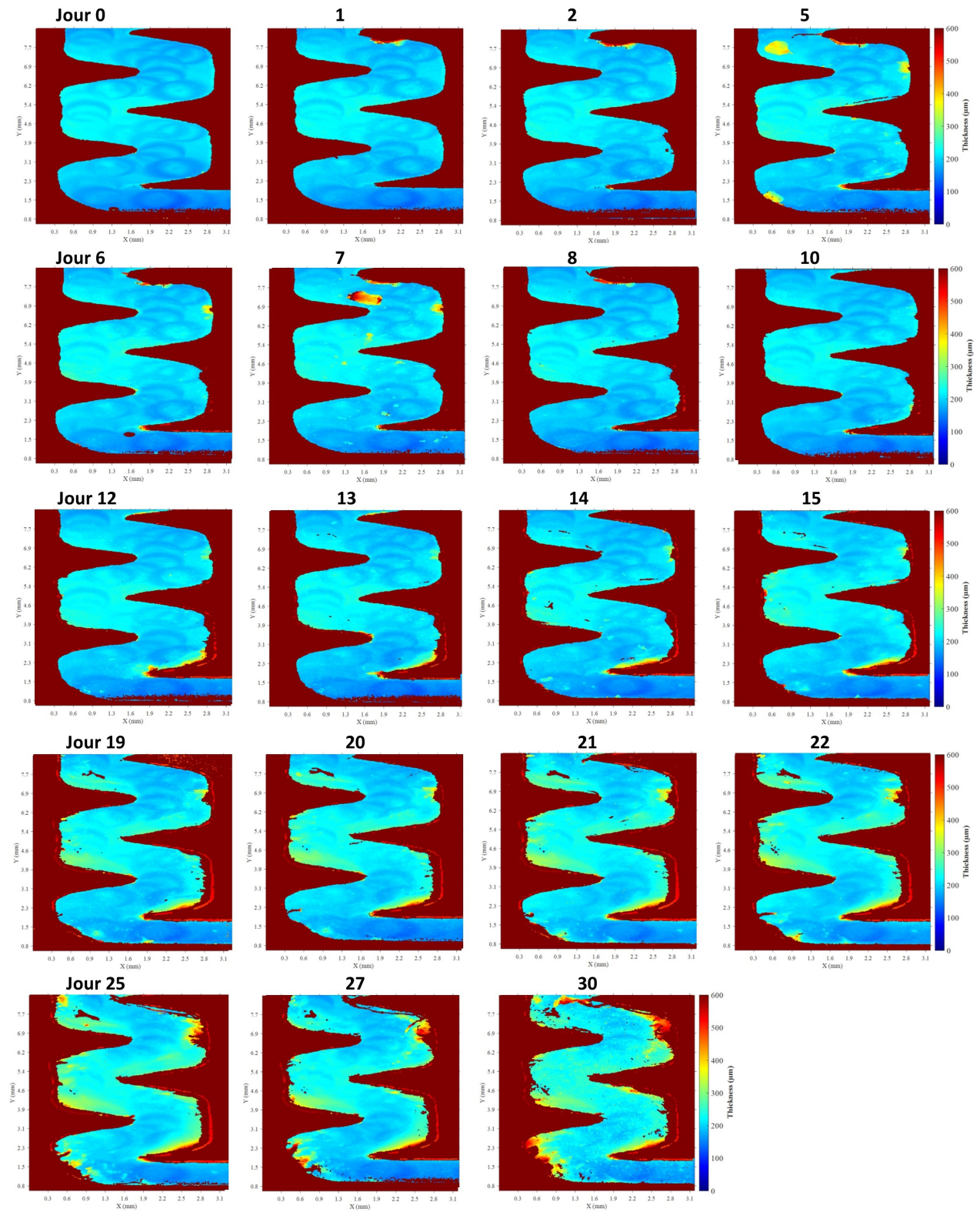
**FIGURE A.2** – Profils de vitesse au niveau de la dix-neuvième chicane pour (a) le canal 1 et (b) le canal 2 pour différents maillages avec le modèle  $k-\epsilon$ .

## **Annexe B**

### **Images OCT brutes**

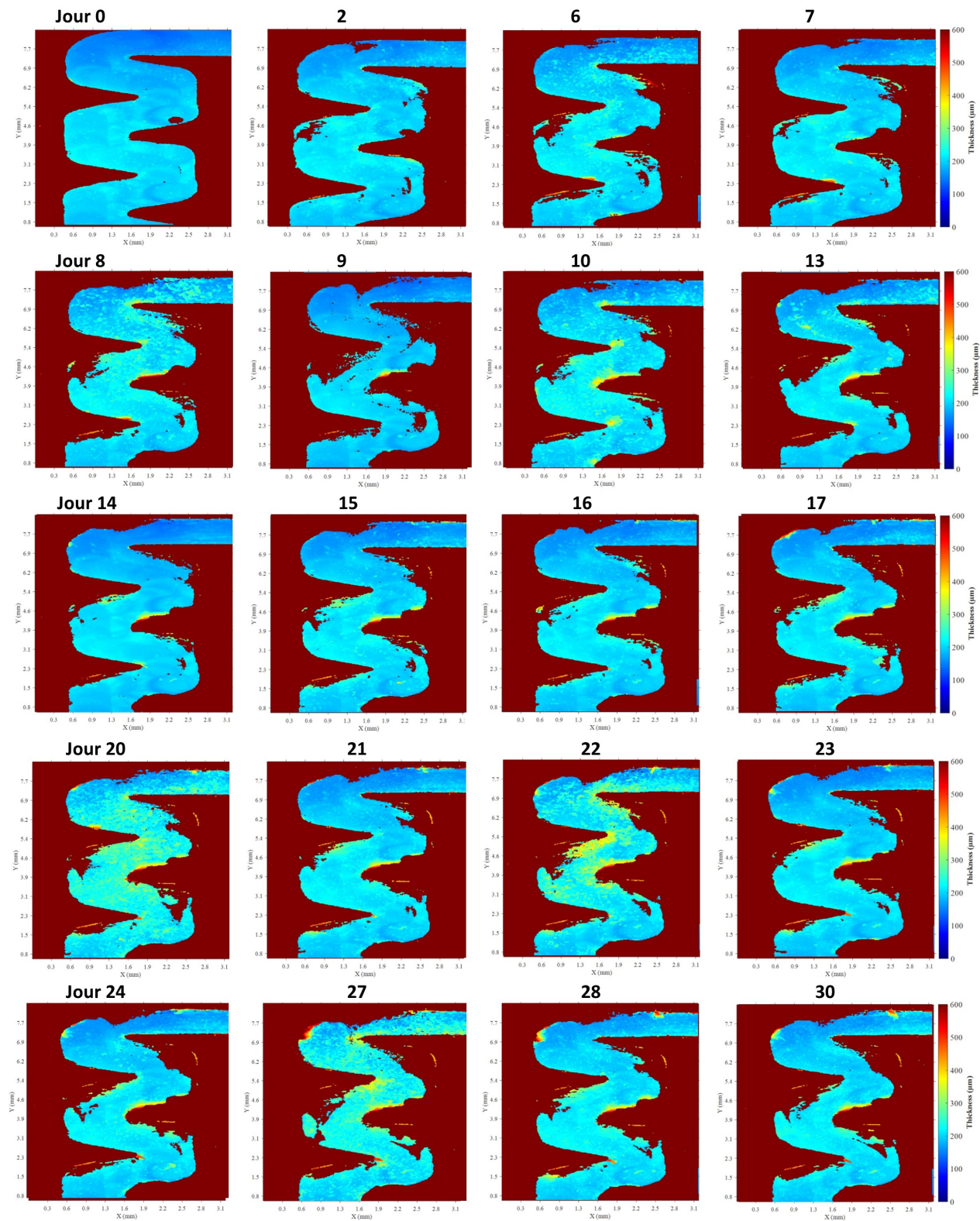


**FIGURE B.1** – Images OCT brutes dans les 4 premières chicanes du le canal 2 lors de la campagne de colmatage par kaolinite. L'épaisseur de kaolinite varie entre 0 µm (bleu foncé) et 600 µm (rouge foncé).

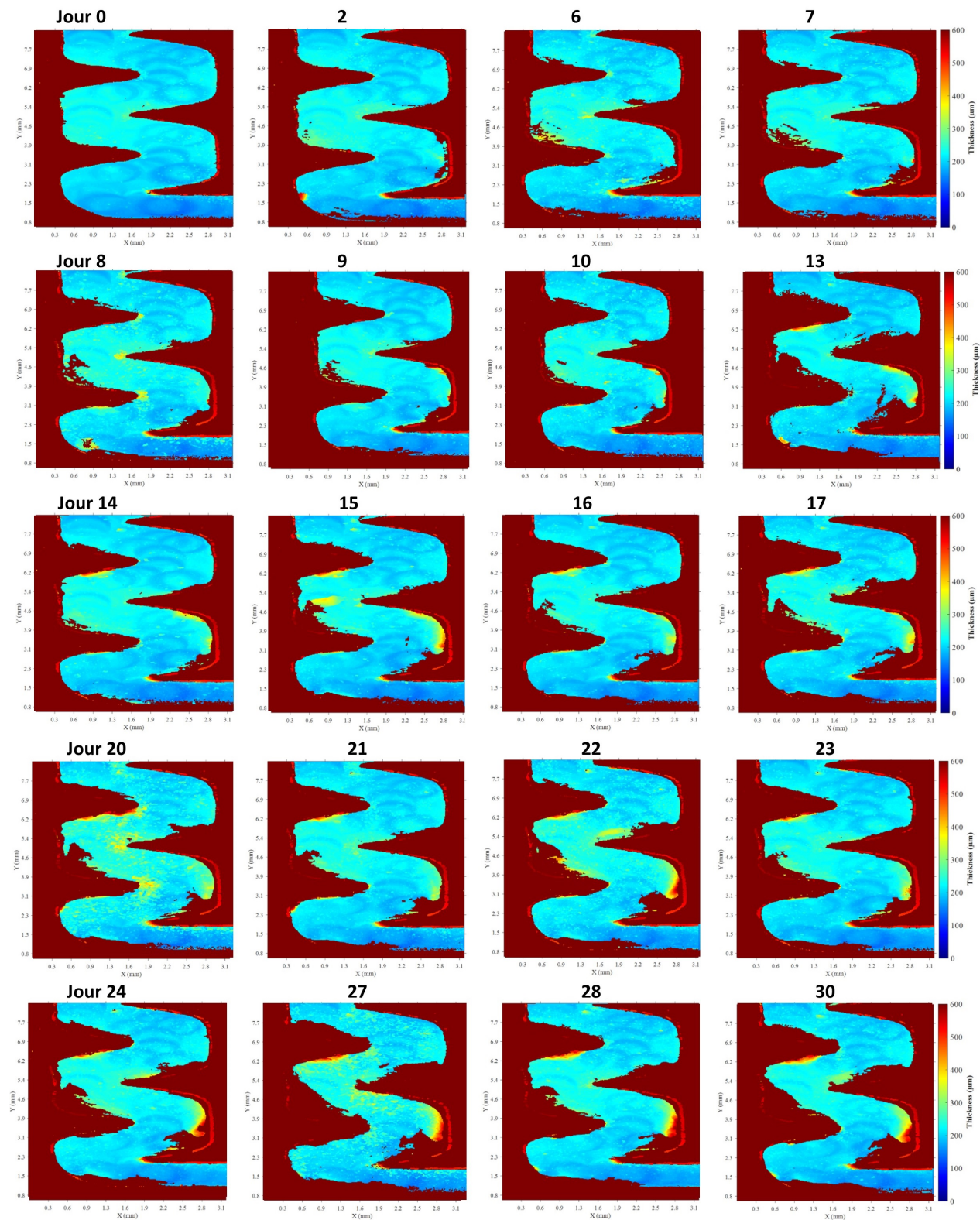


**FIGURE B.2** – Images OCT brutes dans les 4 premières chicanes du canal 2 lors de la campagne de colmatage par kaolinite. L'épaisseur de kaolinite varie entre 0 µm (bleu foncé) et 600 µm (rouge foncé).



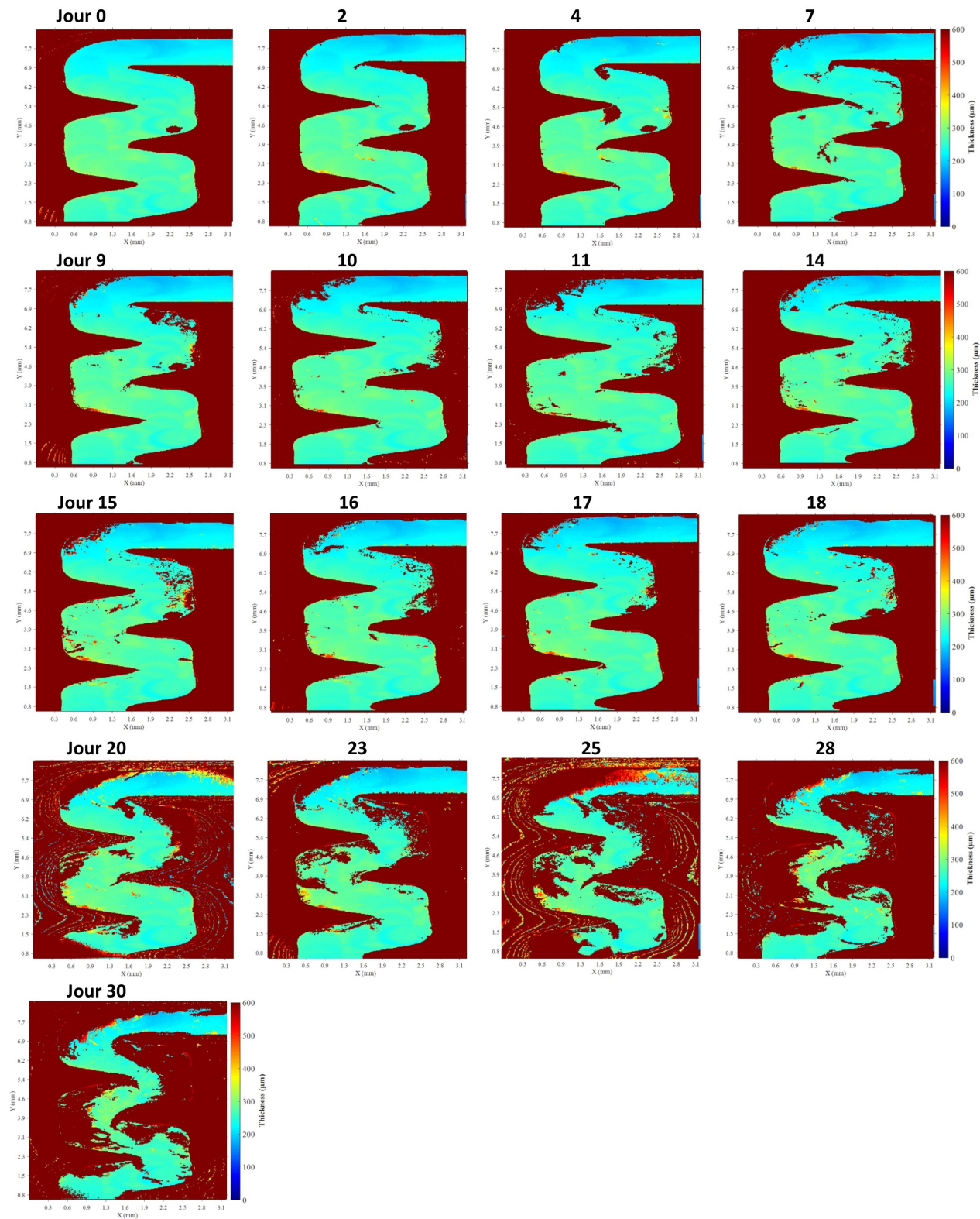


**FIGURE B.3** – Images OCT brutes dans les 4 premières chicanes du canal 1 lors de la campagne de colmatage par carbonate de calcium. L'épaisseur de carbonate de calcium varie entre  $0 \mu\text{m}$  (bleu foncé) et  $600 \mu\text{m}$  (rouge foncé).

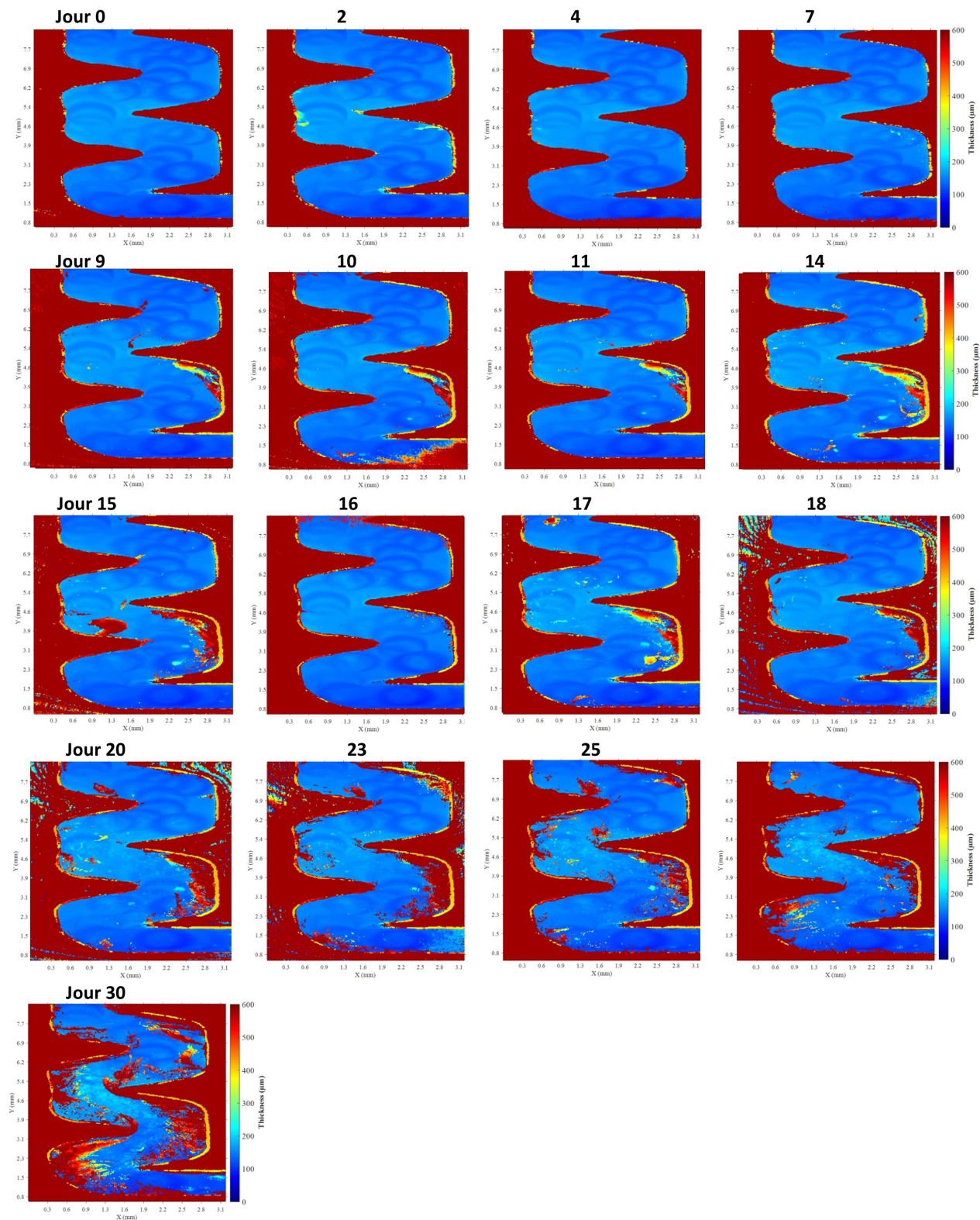


**FIGURE B.4** – Images OCT brutes dans les 4 premières chicanes du canal 2 lors de la campagne de colmatage par carbonate de calcium. L'épaisseur de carbonate de calcium varie entre 0 μm (bleu foncé) et 600 μm (rouge foncé).



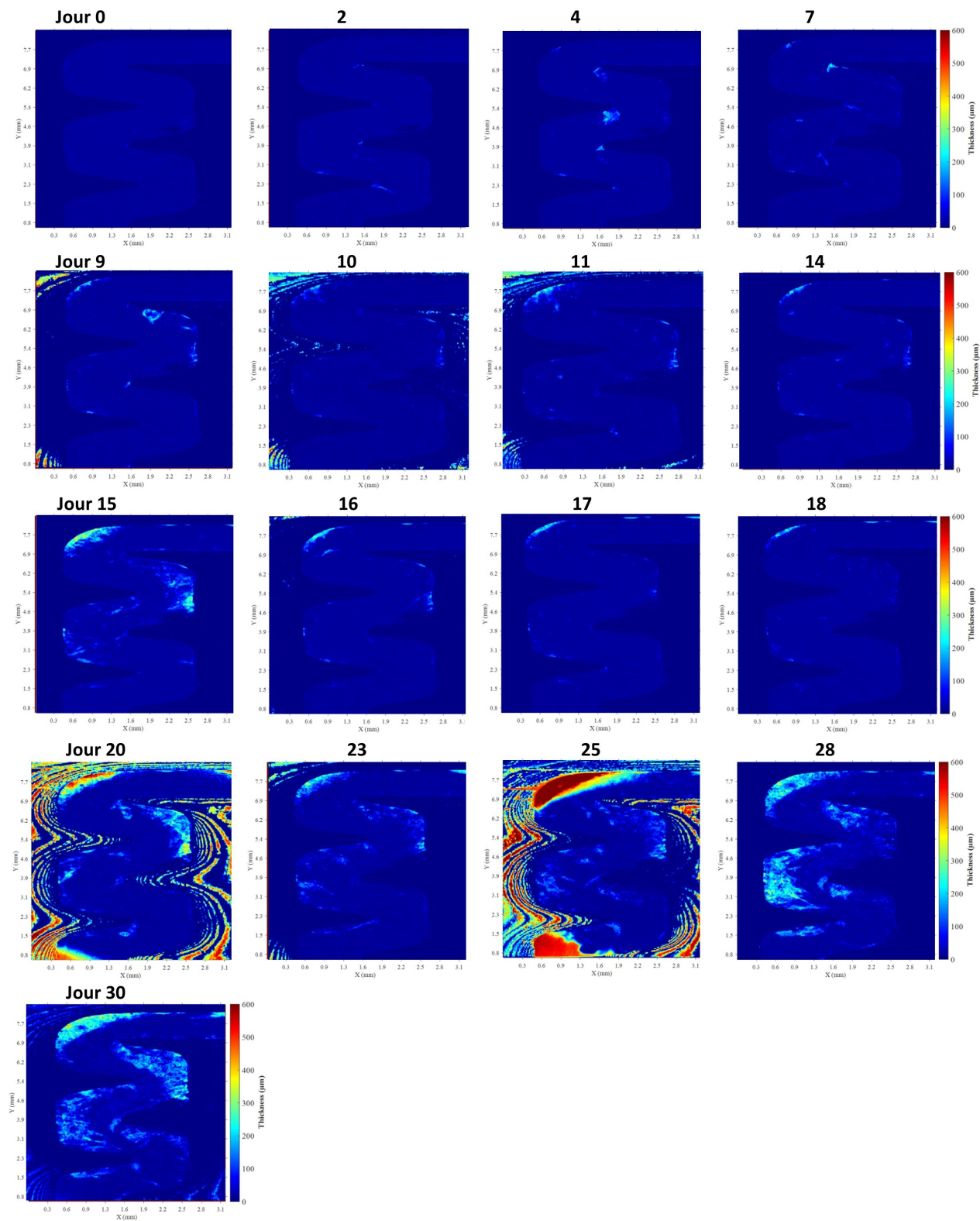


**FIGURE B.5** – Images OCT brutes dans les 4 premières chicanes du canal 1 lors de la campagne de colmatage par biofilm. L'épaisseur maximale de biofilm varie entre 0 µm (bleu foncé) et 600 µm (rouge foncé).

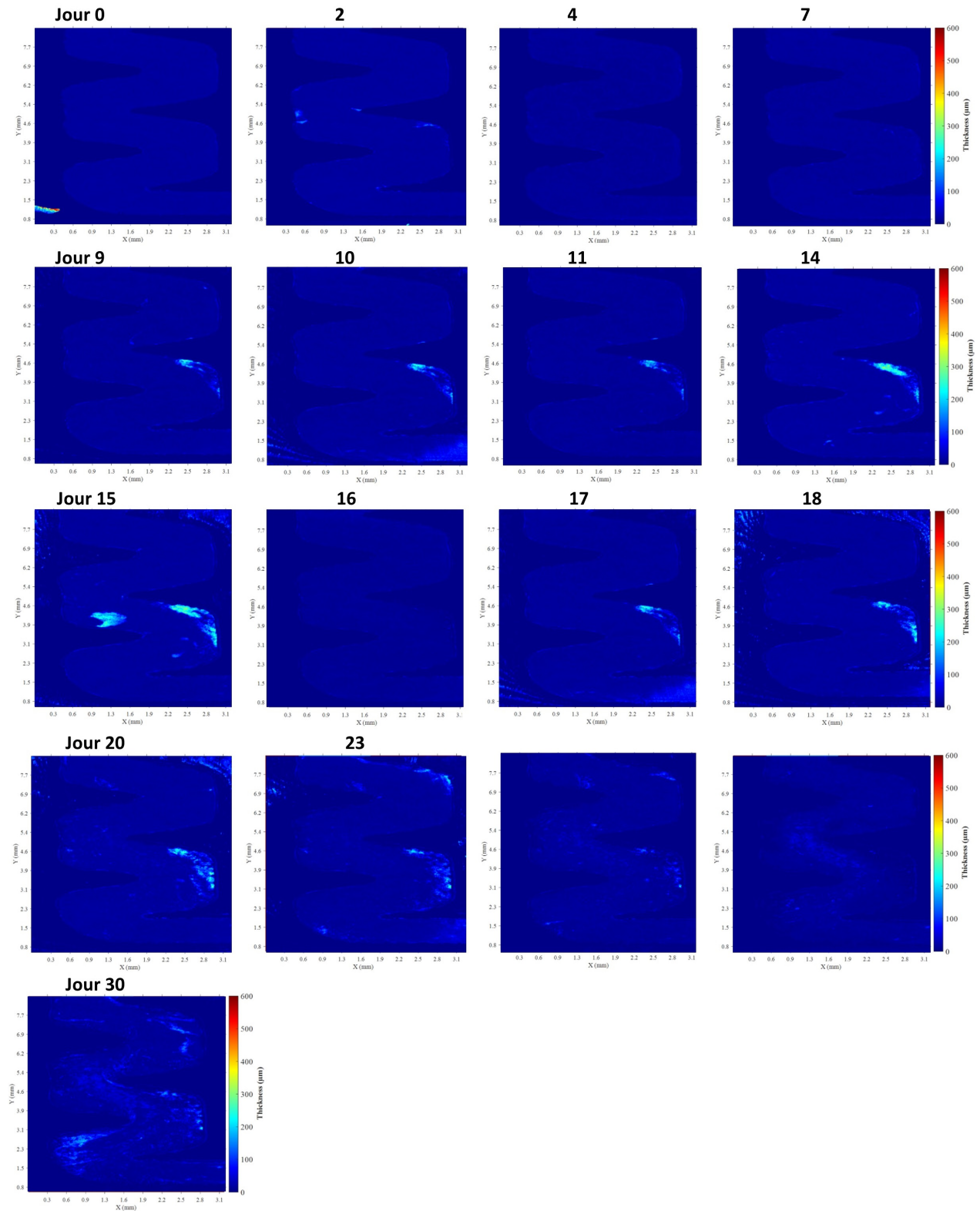


**FIGURE B.6** – Images OCT brutes dans les 4 premières chicanes du canal 2 lors de la campagne de colmatage par biofilm. L'épaisseur maximale de biofilm varie entre 0  $\mu\text{m}$  (bleu foncé) et 600  $\mu\text{m}$  (rouge foncé).





**FIGURE B.7** – Images OCT brutes dans les 4 premières chicanes du canal 1 lors de la campagne de colmatage par biofilm. L'épaisseur cumulée de biofilm varie entre 0 µm (bleu foncé) et 600 µm (rouge foncé).



**FIGURE B.8** – Images OCT brutes dans les 4 premières chicanes du canal 2 lors de la campagne de colmatage par biofilm. L'épaisseur cumulée de biofilm varie entre 0 µm (bleu foncé) et 600 µm (rouge foncé).

# Annexe C

## Observation des rainures

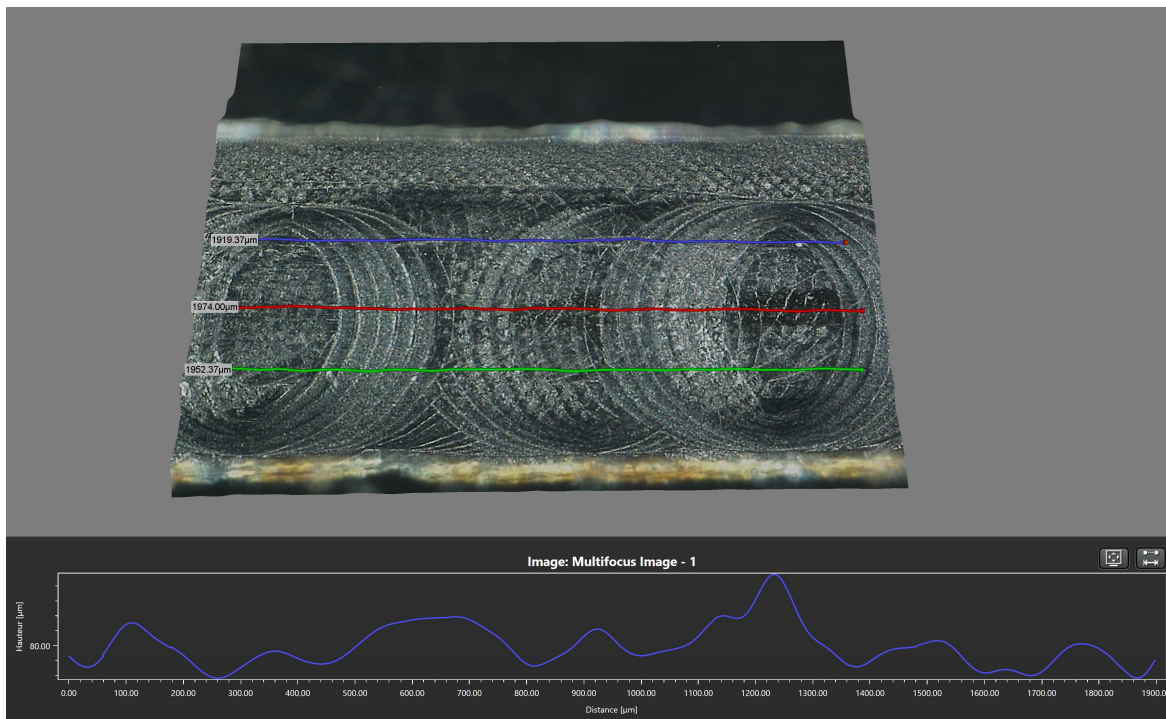


FIGURE C.1 – Rainures dans l’entrée du canal 1. Les altitudes du profil bleu sont représentées en bas.

## **Annexe D**

# **Comparaison entre modélisation CFD et mesures de colmatage par OCT**

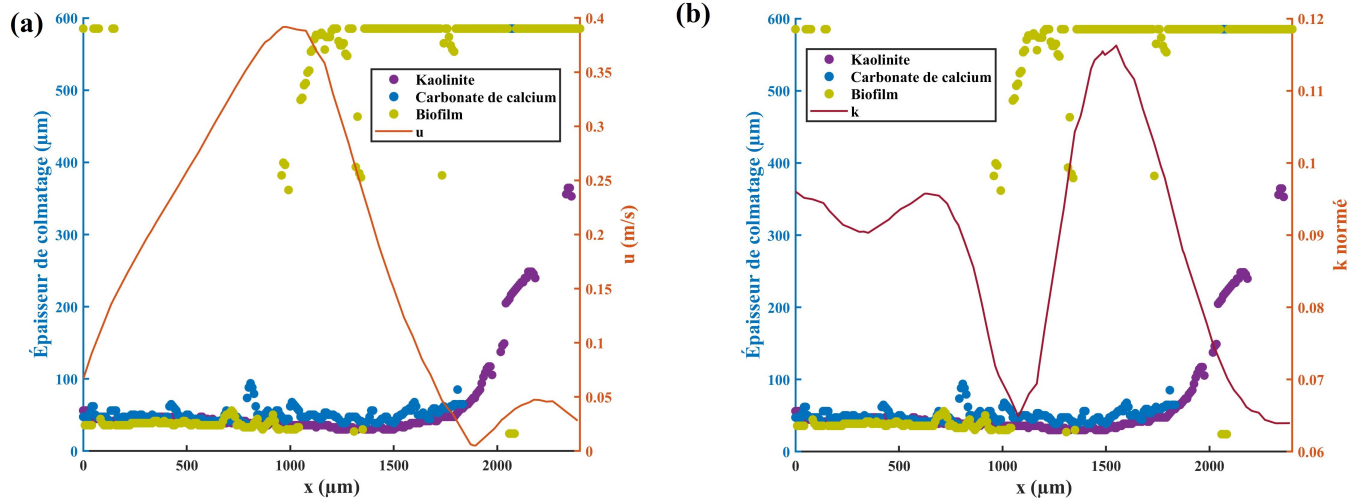


FIGURE D.1 – Comparaison du colmatage sur le profil 1.2 avec (a)  $u$  et (b)  $k$  normé.

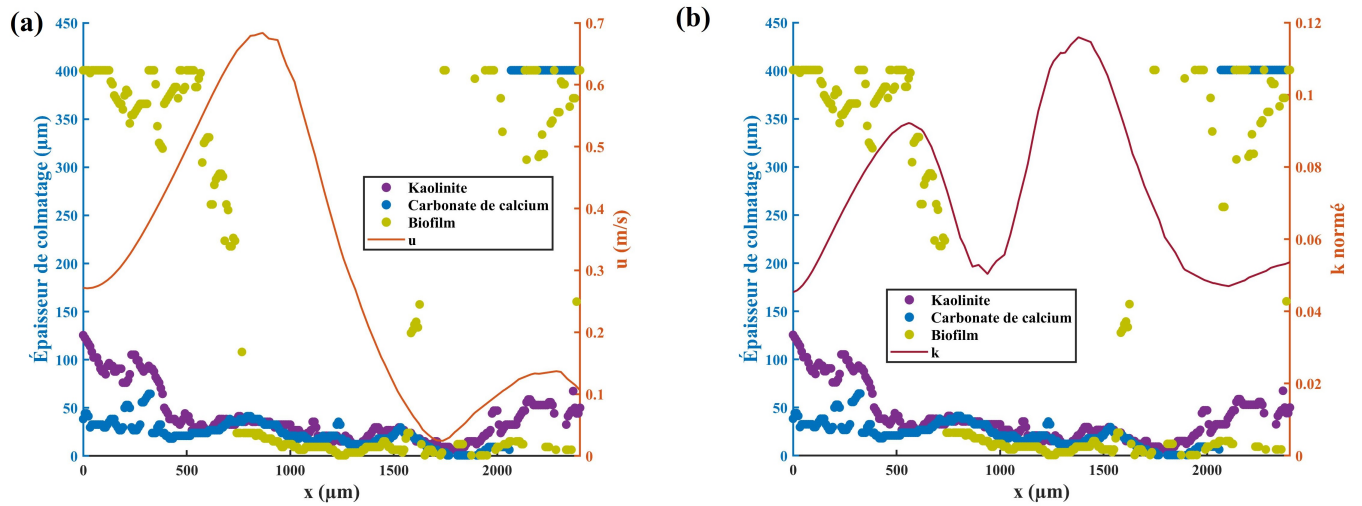


FIGURE D.2 – Comparaison du colmatage sur le profil 2.2 avec (a)  $u$  et (b)  $k$  normé.

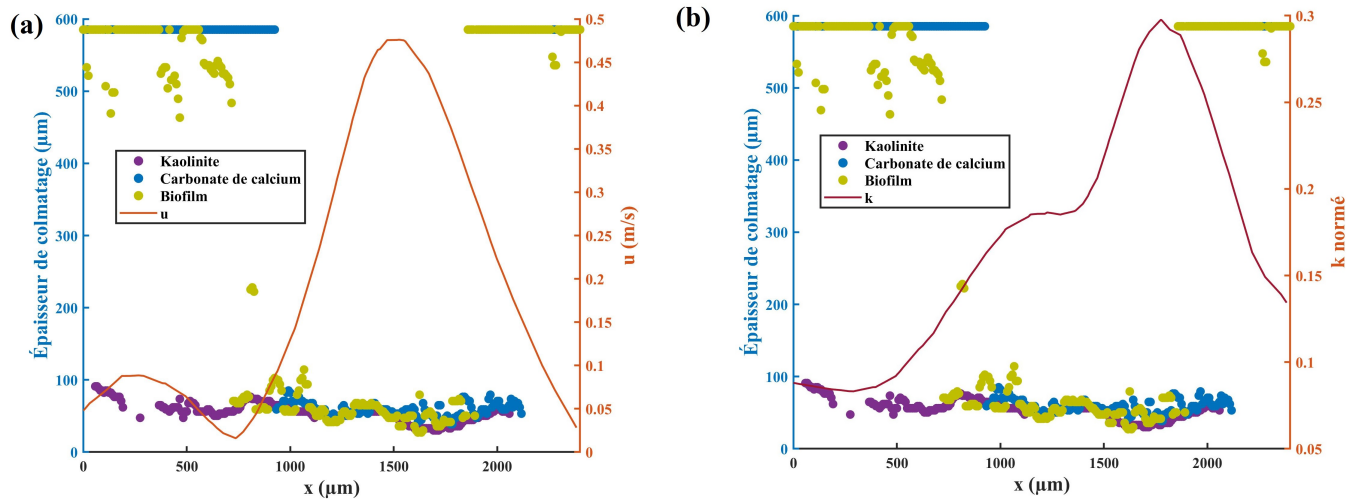


FIGURE D.3 – Comparaison du colmatage sur le profil 1.3 avec (a)  $u$  et (b)  $k$  normé.

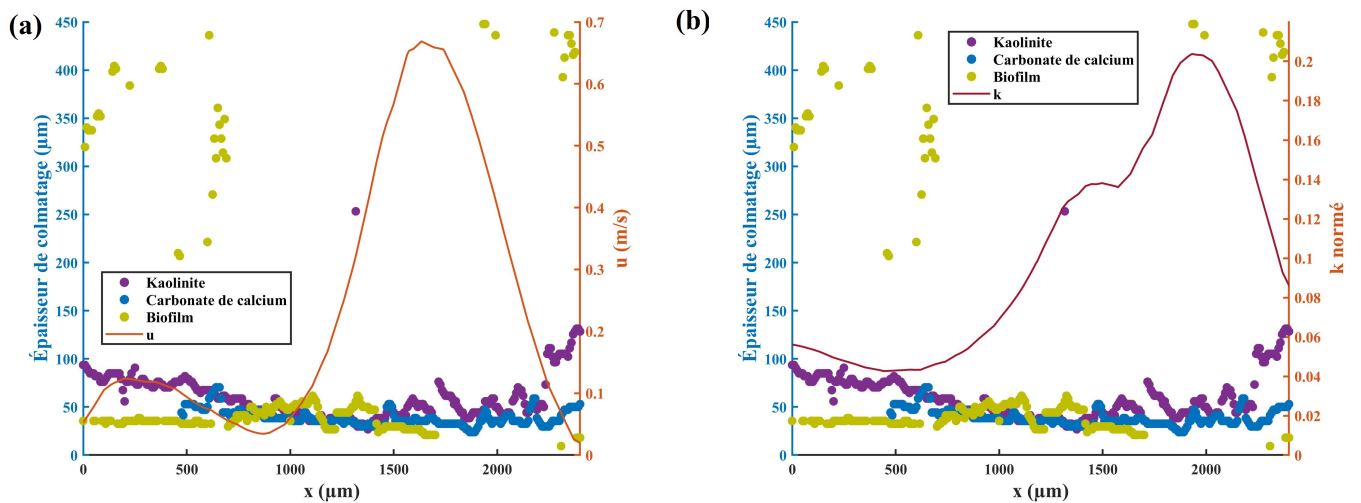


FIGURE D.4 – Comparaison du colmatage sur le profil 2.3 avec (a)  $u$  et (b)  $k$  normé.



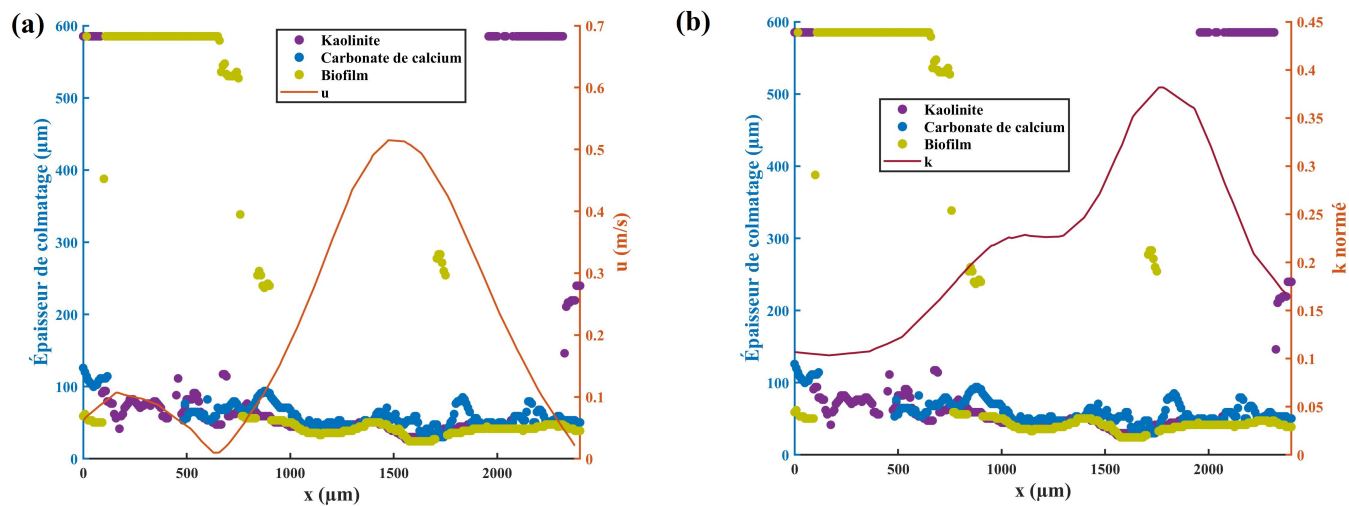


FIGURE D.5 – Comparaison du colmatage sur le profil 1.5 avec (a)  $u$  et (b)  $k$  normé.

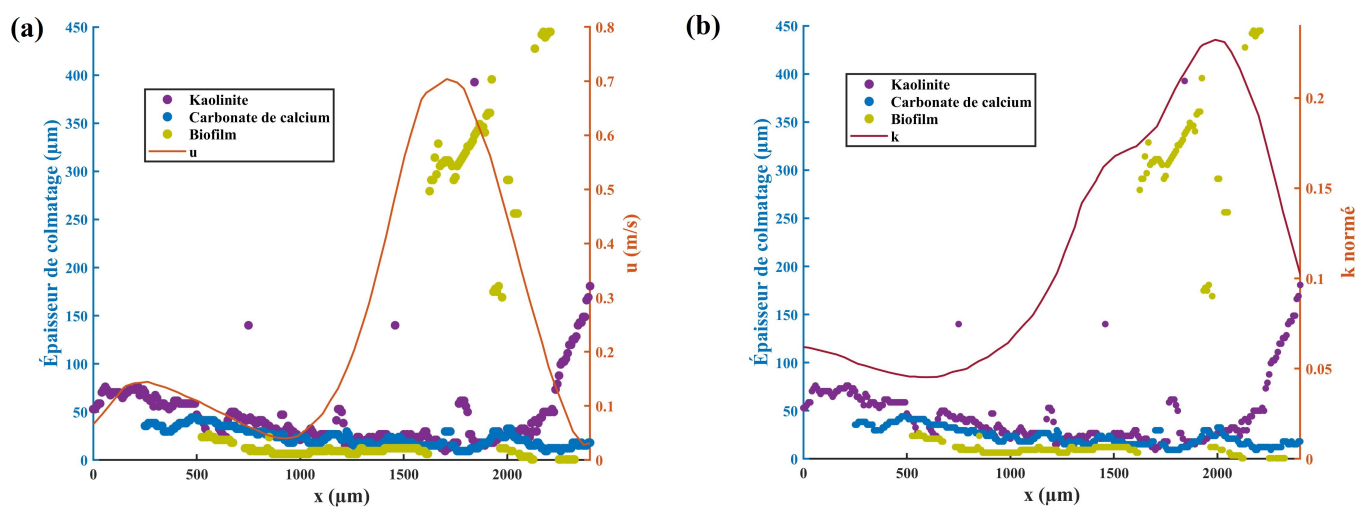


FIGURE D.6 – Comparaison du colmatage sur le profil 2.5 avec (a)  $u$  et (b)  $k$  normé.