

Exigences pour la mesure et la validation du potentiel méthanogène (BMP)*

Christof Holliger, Hélène Fruteau de Laclos, Sasha D. Hafner,
Konrad Koch, Sören Weinrich, Sergi Astals,
Madalena Alves, Diana Andrade, Irini Angelidaki,
Lise Appels, Samet Azman, Alexandre Bagnoud
Urs Baier, Yadira Bajon Fernandez, Jan Bartacek,
Federico Battista, David Bolzonella, Claire Bougrier,
Camilla Braguglia, Pierre Buffière, Marta Carballa,
Arianna Catenacci, Vasilis Dandikas, Fabian de Wilde,
Sylvanus Ekwe, Elena Ficara, Ioannis Fotidis,
Jean-Claude Frigon, Agata Gallipoli, Jörn Heerenklage,
Pavel Jenicek, Judith Krautwald, Ralph Lindeboom,
Jing Liu, Javier Lizasoain, Rosa Marchetti,
Florian Monlau, Mihaela Nistor, Hans Oechsner,
João Vítor Oliveira, André Pauss, Sébastien Pommier,
Francisco Raposo, Thierry Ribeiro, Christian Schaum,
Els Schuman, Sebastian Schwede, Mariangela Soldano,
Anton Taboada, Michel Torrijos, Miriam van Eekert,
Jules van Lier, Isabella Wierinck

5 mars 2021

*Numéro du document 100. Version du fichier 1.8. Ce document
est issu de la collection Standard BMP Methods [†]*

*Citation recommandée : Holliger, C.; Fruteau de Laclos, H.; Hafner, S.D.; Koch, K.; Weinrich, S.; Astals, S.; et al. Requirements for measurement and validation of biochemical methane potential (BMP). Standard BMP Methods document 100, version 1.8. Disponible en ligne : <https://www.dbfz.de/en/BMP> (consulté le 7 octobre, 2020).

Ou voir <https://www.dbfz.de/en/BMP> pour un fichier BibTeX.

Ce document est une traduction espagnole du document original en anglais. En cas de différences, la version anglaise prévaut.

[†]Pour plus d'informations et d'autres documents, visitez <https://www.dbfz.de/en/BMP>. Pour l'historique des versions du document ou pour proposer des modifications, visitez <https://github.com/sashahafner/BMP-methods>.

1 Introduction

Ce document présente les exigences minimales pour la mesure et la validation du potentiel méthanogène par des tests en batchs, et représente le consensus de plus de 40 chercheurs dans le domaine du biogaz. La liste des exigences est basée sur [Holliger et al. \[2016\]](#), avec quelques modifications récentes des critères de validation comme décrit dans [Hafner et al. \[2020c\]](#) et des détails supplémentaires sur la normalisation des calculs. Pour plus de détails et de recommandations supplémentaires, se référer à ces articles [[Holliger et al., 2016](#), [Hafner et al., 2020c](#)].

2 Exigences pour la mesure du potentiel méthanogène

2.1 Analyses du substrat et de l'inoculum

La teneur en matière solide volatile (MSV) de l'inoculum et du substrat est nécessaire pour déterminer les quantités pour un rapport déterminé inoculum-substrat (I/S) et pour le calcul du potentiel méthanogène. Pour les détails sur les mesures de MS et MSV se reporter aux documents de référence (y compris un document gratuit détaillé de l'US EPA [[EPA, 2001](#)], ainsi que [Strach \[2016\]](#) et [Baird et al. \[2017\]](#)).

1. Matière Sèche (MS). La matière sèche de l'inoculum et de tous les substrats est déterminée par séchage à 105°C en triplicat. La MS n'est nécessaire que pour la détermination de la teneur en matière sèche volatile (MSV).
2. Matière sèche volatile (MSV). La matière volatile de l'inoculum et de tous les substrats est déterminée par calcination de l'échantillon sec à 550°C en triplicat. La MSV est déterminée à partir de la perte de masse.

2.2 Protocole et durée du test

1. Échantillons. Tous les essais de potentiel méthanogène doivent inclure trois types d'échantillons : des batchs avec l'inoculum seul (« blancs »), avec l'inoculum et de la cellulose microcristalline comme contrôle positif¹, et avec l'inoculum et le substrat.
2. Réplication. Tous les tests doivent inclure au moins 3 batchs (bouteilles) pour chaque condition. Le nombre minimum de batchs utilisés pour un test de potentiel méthanogène d'un substrat est donc de 9 (3 blancs, 3 cellulose, 3 substrat)².

1. D'autres substrats de contrôle positif pourraient être utilisés à l'avenir [[Koch et al., 2020](#)], mais seule la cellulose a fait l'objet de tests approfondis utilisés pour définir les critères de validation décrits ci-dessous dans la Section 4 [[Hafner et al., 2020c](#)].

2. Si une bouteille est perdue, par exemple cassée, ce qui entraîne $n = 2$ pour n'importe

3. Durée. Les tests doivent être arrêtés uniquement quand la production quotidienne de CH_4 des batchs individuels est $< 1,0\%$ du volume net cumulé de méthane à partir du substrat pendant 3 jours consécutifs (batch de substrat moins la moyenne des blancs). Pour les méthodes manuelles ou autres où les mesures ne sont pas effectuées tous les jours, l'arrêt peut avoir lieu à la fin du premier intervalle de mesure d'au moins 3 jours où le taux de production tombe en dessous du maximum de 1% (ou au moins deux intervalles qui totalisent au moins 3 jours, le tout avec des productions inférieures au maximum de 1%). Si différents substrats sont testés, chaque substrat peut être arrêté lorsque le plus lent des 3 répliquats a atteint le critère d'arrêt. Les blancs doivent être poursuivis aussi longtemps que le batch avec substrat le plus lent. La poursuite des tests au-delà de cette durée ($< 1\%$ de production nette) est acceptable et peut aider à garantir que les critères de validation soient respectés (Section 4).

3 Calculs

1. Traitement des données. Le volume normalisé de CH_4 (sec, 0°C , 101,325 kPa) est calculé à partir des données de laboratoire en utilisant des méthodes normalisées.³
2. Unités. Le potentiel méthanogène est exprimé en volume standardisé de CH_4 (sec, 0°C , 101,325 kPa, appelé volume « normal ») par unité de masse de matière organique du substrat ajouté (généralement en MSV mais parfois en demande chimique en oxygène (DCO)) (souvent écrite comme $\text{NmL}_{\text{CH}_4} \text{ gVS}^{-1}$).
3. Calcul du potentiel méthanogène. Le potentiel méthanogène de tous les substrats (y compris la cellulose) est calculé en soustrayant la production de CH_4 de l'inoculum (déterminée à partir des blancs) de la production brute (totale) de CH_4 à partir du substrat avec inoculum, et en ramenant à la masse du substrat (en MSV). Toute différence de masse d'inoculum ou de substrat entre les batchs doit être prise en compte dans les calculs. Les calculs doivent suivre une approche standardisée⁴.
4. Calcul de l'écart type du résultat. L'écart-type associé à chaque valeur moyenne ($(n \geq 3)$) du potentiel méthanogène doit inclure la variabilité

quelle condition, les résultats ne peuvent pas être validés. Par conséquent, il est prudent d'inclure 4 répétitions, en particulier pour les blancs. Les valeurs aberrantes peuvent être éliminées s'il y a de bonnes raisons de soupçonner qu'il y a eu une erreur de mesure (par exemple, une fuite), mais le nombre de répétitions restant doit être d'au moins 3.

3. Des descriptions détaillées des calculs sont disponibles pour les méthodes de mesure suivantes dans la collection Méthodes BMP standard (<https://www.dbfz.de/en/BMP>) : volumétrie (document 201) [Hafner et al., 2020f], manométrie (document 202) [Hafner et al., 2020a], gravimétrie (document 203) [Hafner et al., 2020g], et densité du gaz (document 204) [Hafner et al., 2020d].

4. Le calcul du potentiel méthanogène (BMP) est décrit en détail dans le document 200 [Hafner et al., 2020b].

des blancs et des batchs (bouteilles) avec substrat et inoculum, ainsi que l'incertitude sur la masse de substrat ajoutée (en MSV) ⁵.

4 Critères de validation

Les résultats de potentiel méthanogène qui satisfont à tous les critères suivants peuvent être qualifiés de « validés » ⁶. Sinon, les résultats ne sont pas validés et les tests doivent être répétés.

1. Toutes les conditions requises du protocole de mesure énumérées ci-dessus (Section 2) sont respectées (y compris la durée) et les calculs sont effectués comme décrit ci-dessus (Section 3).
2. Le potentiel méthanogène moyen de la cellulose est compris entre 340 et 395 NmL_{CH₄} gVS⁻¹.
3. L'écart type relatif du potentiel méthanogène de la cellulose (écart type, y compris la variabilité des blancs, des bouteilles de substrat et de la masse de substrat ajouté en MSV, divisé par le potentiel méthanogène moyen) ne dépasse pas 6%.

Références

R. B. Baird, A. D. Eaton, and E. W. Rice. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. American Water Works Association, 2017. ISBN 978-1-62576-240-5.

EPA. Method 1684 Total, Fixed, and Volatile Solids in Water, Solids, and Biosolids. Technical Report EPA-821-R-01-015, U.S. Environmental Protection Agency, Office of Water, Office of Science and Technology Engineering and Analysis Division (4303), Washington DC, 2001. URL https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-10/documents/method_1684_draft_2001.pdf.

S. D. Hafner, S. Astals, P. Buffiere, N. Løjborg, C. Holliger, K. Koch, and S. Weinrich. Calculation of Methane Production from Manometric Measurements. Standard BMP Methods document 202, version 2.6., 2020a. URL <https://www.dbfz.de/en/BMP>.

S. D. Hafner, S. Astals, C. Holliger, K. Koch, and S. Weinrich. Calculation of Biochemical Methane Potential (BMP). Standard BMP Methods document 200, version 1.6., 2020b. URL <https://www.dbfz.de/en/BMP>.

5. Voir le document 200 [Hafner et al., 2020b].

6. Les critères énumérés ci-dessus se trouvent également dans le document 101 [Hafner et al., 2020e] (en anglais uniquement), qui a été créé pour faciliter l'utilisation de ces critères obligatoires.

- S. D. Hafner, H. Fruteau de Laclos, K. Koch, and C. Holliger. Improving Inter-Laboratory Reproducibility in Measurement of Biochemical Methane Potential (BMP). *Water*, 12(6) :1752, June 2020c. doi : 10.3390/w12061752. URL <https://www.mdpi.com/2073-4441/12/6/1752>.
- S. D. Hafner, C. Justesen, R. Thorsen, S. Astals, C. Holliger, K. Koch, and S. Weinrich. Calculation of Methane Production from Gas Density-Based Measurements. Standard BMP Methods document 204, version 1.6., 2020d. URL <https://www.dbfz.de/en/BMP>.
- S. D. Hafner, K. Koch, H. Fruteau de Laclos, and C. Holliger. Validation criteria for measurement of biochemical methane potential (BMP). Standard BMP Methods document 101, version 1.0., 2020e. URL <https://www.dbfz.de/en/BMP>.
- S. D. Hafner, N. Lø jborg, S. Astals, C. Holliger, K. Koch, and S. Weinrich. Calculation of Methane Production from Volumetric Measurements. Standard BMP Methods document 201, version 1.9., 2020f. URL <https://www.dbfz.de/en/BMP>.
- S. D. Hafner, B. K. Richards, S. Astals, C. Holliger, K. Koch, and S. Weinrich. Calculation of Methane Production from Gravimetric Measurements. Standard BMP Methods document 203, version 1.1., 2020g. URL <https://www.dbfz.de/en/BMP>.
- C. Holliger, M. Alves, D. Andrade, I. Angelidaki, S. Astals, U. Baier, C. Bougrier, P. Buffière, M. Carballa, V. de Wilde, F. Ebertseder, B. Fernández, E. Ficara, I. Fotidis, J.-C. Frigon, H. Fruteau de Laclos, D. S. M. Ghasimi, G. Hack, M. Hartel, J. Heerenklage, I. Sarvari Horvath, P. Jenicek, K. Koch, J. Krautwald, J. Lizasoain, J. Liu, L. Mosberger, M. Nistor, H. Oechsner, J. V. Oliveira, M. Paterson, A. Pauss, S. Pommier, I. Porqueddu, F. Raposo, T. Ribeiro, F. Rüs ch Pfund, S. Strömberg, M. Torrijos, M. van Eekert, J. van Lier, H. Wedwitschka, and I. Wierinck. Towards a standardization of biomethane potential tests. *Water Science and Technology*, 74(11) :2515–2522, 2016. doi : 10.2166/wst.2016.336.
- K. Koch, S. D. Hafner, S. Astals, and S. Weinrich. Evaluation of Common Supermarket Products as Positive Controls in Biochemical Methane Potential (BMP) Tests. *Water*, 12(5) :1223, May 2020. doi : 10.3390/w12051223. URL <https://www.mdpi.com/2073-4441/12/5/1223>.
- K. Strach. Determination of total solids (dry matter) and volatile solids (organic dry matter). In J. Liebetrau, D. Pfeiffer, and D. Thrän, editors, *Collection of Methods for Biogas*. DBFZ, Leipzig, Germany, 2016. URL <https://www.dbfz.de/projektseiten/chinares/downloads/>.