

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

December 10, 2020

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

*Recommended citation: 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. Available online: <https://www.dbfz.de/en/BMP> (accessed on October 7, 2020).

Or see <https://www.dbfz.de/en/BMP> for a BibTeX file that can be imported into citation management software.

[†]For more information and other documents, visit <https://www.dbfz.de/en/BMP>. For document version history or to propose changes, visit <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. Echantillons. 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. Le nombre minimum de batchs utilisés pour un

¹Other positive control substrates could be used in the future [[Koch et al., 2020](#)], but only cellulose has had extensive testing that was used to develop the validation criteria described below in Section 4 [[Hafner et al., 2020c](#)].

²If a bottle is lost through, e.g., breakage, resulting in $n = 2$ for any condition, results cannot be validated. Therefore it is prudent to include 4 replicates, especially for blanks. Outliers can be eliminated if there is good reason to suspect there was an error in measurement (e.g., leakage) but the remaining number of replicates must be at least 3.

test de potentiel méthanogène d'un substrat est donc de 9 (3 blancs, 3 cellulose, 3 substrat).

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

³Detailed descriptions of calculations are available for the following measurement methods in the Standard BMP Methods collection (<https://www.dbfz.de/en/BMP>): volumetric (document 201) [Hafner et al., 2020f], manometric (document 202) [Hafner et al., 2020a], gravimetric (document 203) [Hafner et al., 2020g], and gas density (document 204) [Hafner et al., 2020d].

⁴Calculation of BMP is described in detail in document 200 [Hafner et al., 2020b].

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

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%.

References

- 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>.
- 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>.

⁶The criteria listed above are duplicated in document 101 [Hafner et al., 2020e], which was created to simply make it easier to find these required criteria.

- 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. Løjborg, 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. Rüsch 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/>.