



Schweizerische Eidgenossenschaft
Confédération suisse
Confederazione Svizzera
Confederaziun svizra

Département fédéral de l'environnement, des transports,
de l'énergie et de la communication DETEC

Office fédéral de l'énergie OFEN

Rapport final 2015

Détermination de la production de méthane d'installations de digestion industrielles à partir de tests BMP en laboratoire

Mandant:

Office fédéral de l'énergie OFEN
Programme de recherche énergétique
CH-3003 Berne
www.bfe.admin.ch

Mandataire:

EPFL, Laboratoire de Biotechnologie Environnementale (LBE)
1015 Lausanne
<http://lbe.epfl.ch>

Auteurs:

Gabrielle Hack, EPFL LBE, gabrielle.hack@epfl.ch
Hélène Fruteau de Laclos, Methaconsult, helene.fruteau@methaconsult.ch
Christof Holliger, EPFL LBE, christof.holliger@epfl.ch

Responsable de domaine de l'OFEN: Sandra Hermle

Chef de programme de l'OFEN: Sandra Hermle

Numéro du contrat de l'OFEN: 154365/103311

Les auteurs de ce rapport portent seuls la responsabilité de son contenu et de ses conclusions.

Table des matières

RÉSUMÉ	5
ZUSAMMENFASSUNG	7
PARTIE I : INTRODUCTION	9
1. INTRODUCTION	9
2. OBJECTIFS ET DÉMARCHÉ	9
PARTIE II : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	11
3. CHOIX ET PRÉTRAITEMENT DE L'INOCULUM.....	11
4. CONSERVATION ET PRÉTRAITEMENT DES SUBSTRATS	11
4.1 Congélation	11
4.2 Conservation à 4°C	12
4.3 Broyage	12
5. RATIO INOCULUM / SUBSTRAT	13
6. CO-DIGESTION ET ADDITIVITÉ.....	13
7. PRODUCTION RÉSIDUELLE DU DIGESTAT	15
PARTIE III : MATÉRIELS ET MÉTHODES - ETUDE PRÉLIMINAIRE	16
8. INSTALLATION AMPTS II.....	16
9. MÉTHODE DE MESURES MANUELLES	17
10. INOCULUM.....	17
11. SUBSTRAT DE RÉFÉRENCE	18
12. PRÉPARATION DES TESTS.....	19
13. TESTS DE PRÉTRAITEMENT DES SUBSTRATS.....	21
13.1 Impact du broyage	21
13.2 Impact de la congélation.....	22
14. CO-DIGESTION.....	23
PARTIE IV : ANALYSES EN LABORATOIRE DES SUBSTRATS DES INSTALLATIONS INDUSTRIELLES	25
15. STEP DE BERNE.....	25
15.1 Présentation de l'installation	25
15.2 Echantillonnage.....	26
15.3 Résultats d'analyses des substrats de la STEP de Berne.....	27
15.4 Synthèse	36
16. UNITÉ DE MÉTHANISATION DE VILLENEUVE.....	37
16.1 Présentation de l'installation	37
16.2 Echantillonnage.....	37
16.3 Résultats des analyses des substrats de Villeneuve	39
16.3.3 Jus centrifugé	41
16.4 Synthèse	42
PARTIE V : DONNÉES DES INSTALLATIONS INDUSTRIELLES	43
17. PROCÉDURE DE TRAITEMENT DES DONNÉES	43
18. PARAMÈTRES DE FONCTIONNEMENT DES DIGESTEURS	44

19.	RÉSULTATS.....	45
19.1	<i>Step de Berne</i>	45
19.2	<i>SATOM Villeneuve</i>	46
PARTIE VI : COMPARAISON DES RÉSULTATS DE LABORATOIRE ET INDUSTRIELS.....		48
20.	TRAITEMENT DES DONNÉES	48
21.	RÉSULTATS.....	48
21.1	<i>STEP de Berne</i>	48
21.1.1	Production de méthane	48
21.1.2	Coefficient d'extrapolation.....	50
21.2	<i>SATOM de Villeneuve</i>	50
21.2.1	Production de méthane	50
21.2.2	Coefficient d'extrapolation	52
PARTIE VII : CONCLUSIONS		54
BIBLIOGRAPHIE		55
ANNEXES.....		57
	ANNEXE I : MÉTHODES DE CARACTÉRISATION	57
	ANNEXE II : INFLUENCE DES CONDITIONS DE MESURES.....	59
	ANNEXE III : INOCULUM ET TESTS POSITIFS	64
	ANNEXE IV : PH, AGV ET NH ₄ DES DIGESTATS	66
	ANNEXE V : ANALYSES STATISTIQUES	67
	ANNEXE VI : SCHÉMA GÉNÉRAL DE LA STATION D'ÉPURATION DE BERNE	71
	ANNEXE VII : TRAITEMENT DES CO-SUBSTRATS À LA STEP DE BERNE	72
	ANNEXE VIII : SCHÉMA GÉNÉRAL DE L'INSTALLATION DE VILLENEUVE	73
	ANNEXE IX : RÉSULTATS DÉTAILLÉS DES ANALYSES DES DÉCHETS VERTS ET DES LAVURES.....	74

Résumé

Les performances d'une installation de digestion doivent pouvoir être estimées à l'aide de tests rapides et de coûts raisonnables, qui permettront de prédire les recettes en énergie de l'installation, et donc son équilibre financier. Ce projet a pour but d'établir si des tests en laboratoire, préalablement définis, permettent de prédire la production d'énergie d'une installation à échelle réelle, et le cas échéant quel facteur d'extrapolation il faut alors appliquer.

La démarche retenue vise à comparer les résultats de production de méthane, d'une part calculée à partir de tests BMP en laboratoire, et d'autre part mesurée sur des installations industrielles, pour les mêmes substrats au cours de la même période. Deux installations de référence prennent part à ce projet. La première est la station d'épuration de Berne. Elle traite environ 234'000 t/an de boues mélangées à 7 types de co-substrats dans un procédé liquide infiniment mélangé. La deuxième est l'installation de traitement biologique des déchets organiques de la SATOM à Villeneuve. Elle traite environ 20'000 t/an de déchets verts des ménages et des collectivités ainsi que des déchets alimentaires de restaurants et de supermarchés (lavures), avec un procédé piston à forte teneur en matière sèche.

Une recherche bibliographique a montré que les études sur l'impact de différents paramètres sur les tests BMP donnent des résultats très contradictoires, notamment sur la préparation, la conservation des échantillons et l'additivité des résultats dans le cas de mélanges.

Afin de mener à bien le travail expérimental, deux appareils AMPTS II, fournis par l'entreprise Bioprocess Control, ont été acquis par le Laboratoire de Biotechnologie Environnementale (LBE) de l'EPFL. Ces installations permettent une mesure de la production de méthane automatique et en continue et donc un gain de temps important par rapport aux méthodes de mesures manuelles.

La première étape expérimentale était de s'assurer du bon fonctionnement des installations AMPTS II et de la fiabilité des résultats fournis par ce système. Pour cela, des tests positifs réalisés avec de la cellulose, substrat souvent utilisé comme référence et bien connu dans le domaine des tests BMP, ont été effectués. Ils ont permis d'ajuster le protocole pour cette technologie.

Le principe d'additivité de la production de méthane d'un mélange à partir de ses constituants individuels a été étudié. Pour ce faire, des co-digestions de 10 mélanges différents de substrats aussi divers que des déchets verts, des boues de STEP, des déchets alimentaires, des graisses ou de l'éthanol ont été comparées aux résultats obtenus par calcul à partir de la production des substrats simples. Le test statistique de Student a montré qu'il n'y avait pas de différences significatives : les résultats sont donc additifs.

Des campagnes d'échantillonnage ont été effectuées sur les deux installations industrielles à Berne et à Villeneuve. Un nombre important d'échantillons a été prélevé afin de caractériser au mieux les substrats traités dans les deux installations : 52 échantillons à Berne et 24 échantillons à Villeneuve. Ces échantillons ont ensuite été analysés au laboratoire (mesures des MS et MSV et BMP). Il ressort que certains déchets présentent en effet une variabilité importante et que les déchets verts présentent une forte variabilité saisonnière qui sera prise en compte pour l'étude.

Le fonctionnement des deux installations industrielles a été suivi tout au long de la période de référence, à partir des données transmises par les exploitants qui ont collaboré à l'étude.

Ces données ont été traitées afin d'en extraire un suivi au pas hebdomadaire, sur les quantités de chaque substrat introduit dans les digesteurs et la production de méthane associée. Afin d'avoir des données les plus fiables possibles, et sachant que les capteurs industriels sont souvent imprécis, la production de méthane a été recalculée pour les deux installations à partir de la production d'énergie effective (biométhane à Berne et électricité à Villeneuve). Les paramètres de fonctionnement

principaux ont été suivis afin de confirmer (ou non) un fonctionnement satisfaisant des digesteurs sur la période de l'étude.

La production de méthane réellement observée sur les installations et celles calculées à partir des mesures en laboratoire ont finalement été comparées en « dynamique » au pas hebdomadaire.

Il ressort que la production réelle est très proche de la production maximale calculée. Des facteurs d'extrapolation quasi-identiques pour les deux installations ont pu être calculés : 0.94 pour Berne et 0.89 pour Villeneuve.

Cependant, la comparaison dynamique a permis de mettre en évidence un phénomène de limitation de la production sur l'installation de Villeneuve. Cette limitation n'est pas due au type de procédé mais à une charge du digesteur vraisemblablement trop élevée durant quelques semaines. Bien que n'ayant pas donné lieu à un déséquilibre biologique, ces périodes traduisent une saturation du système biologique, avec un rendement en méthane inférieur à l'attendu de 25%.

Cette étude permet donc de conclure qu'il est cohérent d'estimer une production de méthane sur une installation industrielle à partir de mesures de BMP en laboratoire sur des échantillons de chaque substrat traité, à deux conditions :

- Les résultats des analyses doivent être représentatifs du gisement global, ce qui implique un grand nombre d'échantillons (en particulier sur les substrats majoritaires) et la considération de possibles variations saisonnières ;
- La digestion doit fonctionner sans aucune limitation ni inhibition, notamment à un niveau de charge en dessous du seuil de saturation.

Dans ces conditions, un facteur d'extrapolation moyen de 0.9 pour les 2 installations a été calculé.

Zusammenfassung

Die Praxis braucht schnelle und kostengünstige Methoden, die es erlauben, die Energieproduktion von Biogasanlagen und die damit verbundene Rentabilität mit akzeptabler Präzision abzuschätzen. Dieses Projekt hatte zum Ziel abzuklären, ob die Energieproduktion von Biogasanlagen mit Labor-BMP-Tests abgeschätzt werden kann, und wenn ja, ob ein Extrapolationsfaktoren anzuwenden ist.

Zu diesem Zweck wurde die berechnete Methanproduktion, basierend auf Ergebnissen von Labor-BMP-Tests, mit derjenigen, die auf Biogasanlagen gemessen wurde, verglichen, und dies für die Vergärung von denselben Substraten und dieselbe Zeitperiode. Es wurden zwei Referenzanlagen, die unterschiedliche Substrate vergären und unterschiedliche Verfahren anwenden, analysiert. Die erste Anlage war die AraBern, die hauptsächlich Flüssigsubstrate (234'000 t/Jahr Klärschlamm und 7 Kosubstrate) in sogenannten Rührkesseln vergärt. Die zweite Anlage war diejenige der SATOM in Villeneuve, die organische Festabfälle in einem Verfahren, das einem Röhrenreaktor gleich kommt, vergärt. Sie behandelt ungefähr 20'000 t/Jahr Grünabfälle und Lebensmittelabfälle von Restaurants und Supermärkten.

Eine detaillierte Literaturstudie hat gezeigt, dass die Lagerung und die Vorbehandlung des Inokulums und der Substrate einen signifikativen Einfluss auf die BMP-Ergebnisse haben können und es deshalb wichtig ist, diese Parameter in den Tests zu berücksichtigen.

Für die experimentelle Arbeit im Labor wurden zwei AMPTS II Apparate der Firma Bioprocess Control (Lund, Schweden) verwendet. Diese Geräte messen automatisch und kontinuierlich die Methanproduktion und ermöglichen einen substantiellen Zeitgewinn gegenüber manuellen Messmethoden.

Die erste experimentelle Etape war sicherzustellen, dass mit den AMPTS II Apparaten reproduzierbare und zuverlässige Resultate gemessen werden. Zu diesem Zweck wurden BMP-Tests mit kristalliner Zellulose, die oft Referenzsubstrate verwendet wird, durchgeführt, die es auch erlaubten, unser Testprotokoll an die neuen Apparate anzupassen.

Das Additivitätsprinzip der Methanproduktion von einem Gemisch von Substraten wurde genauer untersucht. Hierzu wurde die Methanproduktion von Kovergärungen von 10 verschiedenen Gemischen von Substraten wie Grünabfällen, Klärschlamm, Essensresten, Fette und gebrauchter Alkohol verglichen mit der Methanproduktion berechnet mit der gemessenen Methanproduktion der individuellen Substrate. Eine statistische Analyse der erhaltenen Resultate hat gezeigt, dass in allen Fällen keine signifikanten Unterschiede gefunden wurden, was das Additivitätsprinzip bestätigt.

Im Anschluss an diese Vorbereitungsarbeiten wurden die eigentlichen Beprobungs- und Messkampagnen auf den beiden Biogasanlagen durchgeführt. Insgesamt wurden 52 Proben von der AraBern and 24 Proben in Villeneuve gesammelt, die anschliessend im Labor analysiert wurden (TS, oTS und BMP). Diese Analysen haben gezeigt, dass gewisse Substrate eine hohe Variabilität aufwiesen was deren Zusammensetzung betrifft, und dass die Grünabfälle von Villeneuve eine saisonabhängige Zusammensetzung aufwiesen, welcher im Folgenden Rechnung getragen wurde.

Der Betrieb der beiden Referenzanlagen wurde während der Beprobungsperiode (Januar bis Juli 2014) mittels der durch die Projektpartner zur Verfügung gestellten Daten analysiert. Die Betriebsdaten wurden so behandelt, dass eine wöchentliche Substratmenge, die dem Fermenter zugeführt wurde, und die dazugehörige Methanproduktion, bestimmt werden konnte. Um möglichst zuverlässige Daten zu bekommen, und wohlwissend, dass die auf Grossanlagen verwendeten Messsonden für die Gasproduktion oft nicht sehr präzise funktionieren, wurde die Methanproduktion mittels der effektiven Energieproduktion (Biomethan in Bern und Elektrizität in Villeneuve), die sehr genau bestimmt werden, umgerechnet.

Mittels dieser Daten wurde die reell gemessene Methanproduktion der Grossanlagen mit derjenigen, die mittels der Labormessungen berechnet wurde, verglichen, und zwar dynamisch mittels der Wochenproduktion. Der Vergleich hat gezeigt, dass die reelle Methanproduktion sehr ähnlich der berechneten Methanproduktion ist, und dass sehr ähnliche Extrapolationsfaktoren für die beiden Grossanlagen berechnet werden konnten: 0,94 für Bern und 0,89 für Villeneuve.

Der Vergleich der wöchentlichen Methanproduktion hat zudem aufgezeigt, dass bei der Biogasanlage in Villeneuve ein Sättigungsphänomen identifiziert werden konnte. Dieses Sättigungsphänomen wurde sehr wahrscheinlich durch eine zu hohe organische Fracht verursacht, welche nicht zu einem biologischen Ungleichgewicht, aber zu einem 25% verminderten Methanertrag geführt hat.

Diese Studie erlaubt demnach schlusszufolgern, dass es sinnvoll ist, die Methanproduktion einer Biogasgrossanlage mittels Labor-BMP-Tests der einzelnen Substrate abzuschätzen, vorausgesetzt, dass folgende zwei Bedingungen erfüllt sind:

- Die Resultate der Analysen müssen repräsentativ sein, was eine grosse Anzahl von Substratproben, vor allem für die Hauptsubstrate, und die Berücksichtigung von eventuellen Saisonalitäten benötigt;
- Die Vergärung muss ohne Limitationen funktionieren, was Hand in Hand geht mit organischen Frachten, die unter der Sättigung des Systems liegen.

Unter diesen Bedingungen kann ein Extrapolationsfaktor von 0,9 vorgeschlagen werden.

Partie I : Introduction

1. Introduction

La digestion anaérobie pour la production de biogaz est depuis plusieurs décennies un sujet de recherche et de développement mondial car il permet de produire de l'énergie renouvelable tout en respectant l'environnement. Le biogaz produit peut être utilisé pour la production d'électricité et de chaleur, comme combustible ou encore comme carburant.

L'amélioration des connaissances biologiques et de la technologie a permis le développement de plusieurs installations de biogaz performantes et efficaces. Le développement de cette filière entraîne l'utilisation de déchets et d'effluents très variés, provenant de différents secteurs comme l'agriculture mais aussi l'industrie agro-alimentaire, chimique ou cosmétique, les déchets des ménages, des collectivités ou des supermarchés, voire de la biomasse végétale produite à cet effet.

Lors de la planification d'une nouvelle installation de biogaz, il est important de connaître à l'avance la quantité de biogaz qui peut être produite à partir des substrats digérés, la recette énergétique étant le facteur clé dans l'équilibre économique des installations. De plus, de bonnes connaissances de base permettent un dimensionnement correct de l'installation.

Afin de déterminer au mieux la quantité de biogaz pouvant être produite par un ou plusieurs substrats, des tests de digestibilité sont réalisés en laboratoire. Les procédures souvent utilisées sont les tests de potentiel méthanogène (test BMP – Biochemical methane potential), durant lesquels le ou les substrats concernés sont digérés en réacteurs batchs.

Cependant, il a été constaté que les résultats de ces tests sont souvent peu satisfaisants et difficilement exploitables, principalement en raison d'une grande variabilité des résultats, due aux différentes normes et coutumes appliquées dans chaque laboratoire. Ainsi, un précédent projet de R&D a été consacré à la définition d'un test biologique BMP standardisé permettant de mesurer de façon simple et fiable la production de biogaz maximale attendue à partir d'un substrat donné (contrat OFEN n° 154365/103311) [3].

Il est important de relever que les résultats obtenus à partir du test BMP développé précédemment représentent une productivité en méthane maximale, ne pouvant pas être extrapolée directement à une installation industrielle fonctionnant en continu, sans validation ou détermination d'un facteur d'extrapolation.

2. Objectifs et démarche

L'objectif du projet est de déterminer dans quelles conditions les résultats des tests BMP obtenus en laboratoire à partir d'échantillons de déchets peuvent être utilisés pour prédire la productivité en méthane d'une installation industrielle.

Afin d'atteindre cet objectif, le travail a été réalisé en différentes étapes. Premièrement, une recherche bibliographique a été effectuée de façon à pouvoir déterminer l'influence sur les résultats de tests BMP de paramètres spécifiques, comme la préparation des échantillons et le mélange des intrants (co-digestion). Pour valider les informations fournies par la bibliographie, une étude préliminaire en laboratoire a été réalisée. Celle-ci est présentée dans la 3^{ème} partie du présent rapport.

Lorsque la méthodologie et le matériel nécessaire au bon déroulement des expériences ont été déterminés et validés par l'étude préliminaire, il a été possible de passer à la deuxième étape du travail, consistant à prélever des échantillons dans deux installations de référence, la STEP de Berne et l'Unité de Méthanisation de Villeneuve (voir partie IV), pour pouvoir les analyser en laboratoire. Des campagnes d'échantillonnage ont été organisées dans ces deux installations afin d'obtenir un nombre

élevé d'échantillons, permettant d'étudier en détail la composition des différents substrats traités et leur variabilité.

En parallèle à ce travail en laboratoire, les résultats industriels comprenant les mesures réalisées directement dans les deux installations ont été analysés afin qu'ils soient exploitables pour la suite.

Les résultats obtenus en laboratoire à partir des tests BMP et ceux des installations industrielles ont finalement été comparés. Cette dernière étape a permis de proposer des facteurs d'extrapolation pour l'application des tests en laboratoire à la détermination de la production d'énergie d'une installation industrielle.

Partie II : Revue bibliographique

3. Choix et prétraitement de l'inoculum

L'influence possible de l'inoculum sur les résultats des tests BMP est un facteur à prendre en compte lors de la mise en place d'un test. Celle-ci peut dépendre principalement de l'origine de l'inoculum, de la concentration en microorganismes (la concentration en solides volatils), de son activité, de son acclimatation, de la façon dont il est conservé et enfin s'il est ou non pré-incubé avant l'ajout des substrats [36].

Dans leur étude, Yu Gu *et al.* [14] ont testé des inocula de différentes sources pour la digestion anaérobie de paille de riz. Les résultats indiquaient que le digestat de fumier était plus approprié que celui de boues de stations d'épuration. Le fumier permettait d'atteindre une production de biogaz plus élevée et une meilleure dégradation de la lignocellulose.

Au contraire, la norme allemande VDI [41] conseille d'utiliser des boues digérées de station d'épuration. Leur argument est que ces boues entrent en contact avec une grande variété de substances et qu'elles deviennent un inoculum contenant une biocénose diversifiée.

Le précédent projet a montré que, dans les conditions retenues pour le test, l'origine de l'inoculum n'exerçait pas d'influence significative sur le résultat final du test BMP [3].

Plusieurs auteurs conseillent une pré-incubation de l'inoculum avant d'effectuer les tests BMP [1] [36] [41]. La pré-incubation permet de réduire le volume de gaz produit par les blancs, c'est-à-dire par l'inoculum, et a été considérée comme un moyen d'améliorer la précision avec laquelle la production nette de gaz peut être calculée. F. Raposo *et al.* conseillent d'effectuer une pré-incubation durant 2 à 7 jours [33].

Une autre étude a comparé les résultats des tests BMP en utilisant des inocula avec ou sans pré-incubation. Des blancs ont été effectués pour les tests sans pré-incubation afin de soustraire la production endogène au résultat de digestion des substrats. Pour les tests avec pré-incubation, les inocula ont été digérés jusqu'à ce que la production journalière représente moins de 1% de la production totale. Puis, après l'ajout du substrat et contrairement aux tests sans pré-incubation, aucun blanc n'a été effectué et la production de méthane a été attribuée entièrement au substrat. Les résultats obtenus sont assez similaires entre les tests avec et sans pré-incubation. Les auteurs en ont conclu qu'une pré-incubation n'offre aucun avantage et qu'il est tout aussi fiable d'effectuer des tests sans pré-incubation avec des blancs [10].

Finalement, dans les conditions de réalisation du test et compte tenu des résultats obtenus dans le précédent projet, on a retenu l'utilisation d'un inoculum provenant de digesteurs de station d'épuration. L'impact de la pré-incubation sera vérifié dans ces conditions, en préalable à la suite de l'étude.

4. Conservation et prétraitement des substrats

4.1 Congélation

Certains groupes de recherche ont congelé leurs substrats afin de pouvoir les conserver sur une longue période ou de façon à faciliter le broyage des substrats, sans pour autant tenir compte du possible effet de la congélation sur le résultat final de biodégradation. [6], [15], [27].

Pourtant, durant le processus de congélation, des cristaux de glace se forment et peuvent casser la membrane des cellules, engendrant la libération de protéines, de lipides et d'autres macromolécules dans le milieu environnant. Par conséquent, la congélation peut améliorer la digestion anaérobie et augmenter la production de biogaz. [40]

L'avantage de la congélation est qu'elle inhibe la dégradation microbienne et le substrat peut être conservé indéfiniment mais il peut y avoir un impact sur la biodégradation. En effet, comme la congélation modifie la structure des cellules du substrat, les composés organiques sont plus accessibles pour les microorganismes et sont donc plus rapidement digérés.

Les effets de la congélation des substrats sur la production de biogaz ont été étudiés par Montusiewicz et al. [26]. Le substrat utilisé était des boues d'épuration mixtes. Le rendement moyen de biogaz a augmenté de 1.5 fois par rapport à celui des boues brutes (après 60 jours).

L'étude menée par Stabnikova *et al.*[40] sur des restes alimentaires a par ailleurs mis en évidence une augmentation de la cinétique de production du biogaz mais ne montre pas de différence notable sur la production finale de méthane.

Compte tenu de ces résultats contradictoires, il a été décidé de tester l'impact de la congélation des divers substrats dans nos conditions d'expérimentation.

4.2 Conservation à 4°C

La conservation des échantillons à 4°C est la méthode de stockage la plus fréquemment utilisée et, dans la plupart des cas, la méthode la plus adéquate. La conséquence de la baisse de température est une diminution significative de l'activité des microorganismes sans toutefois qu'elle s'arrête entièrement. Cette méthode permet donc la conservation des échantillons pour une courte durée. La conservation à basse température n'a pas d'impact sur les propriétés de digestion du substrat et est, de ce fait, une bonne méthode de stockage pour les tests BMP.

Il est toutefois important de tenir compte de l'activité toujours existante des microorganismes durant le stockage et du risque de sous-estimation de la production de méthane qu'engendre cette méthode si le substrat est conservé durant une trop longue période.

Aucune étude traitant en détail des effets de la conservation à 4°C n'a été trouvée.

4.3 Broyage

La réduction de la taille des particules du substrat augmente son homogénéité quand celui-ci est utilisé pour des tests BMP. Les substrats hétérogènes peuvent être plus efficacement mixés et transformés en des substrats plus homogènes [19]. De plus, des particules de grande taille à l'origine peuvent être introduites dans de petites bouteilles de laboratoire grâce au broyage.

La réduction de la taille des particules peut avoir des impacts significatifs sur le résultat des tests BMP. Ceci s'explique premièrement par le fait que la surface spécifique pouvant être attaquée par les bactéries et les enzymes augmente avec la réduction des particules. Deuxièmement, la cristallinité de la cellulose est réduite par un broyage très fin, ce qui augmente sa biodégradabilité [16] ; enfin des polymères complexes de la lignine sont partiellement détruits, ce qui peut rendre disponibles, selon certains auteurs, des substances qui jusqu'alors ne l'étaient pas, pour la formation de méthane [15].

Par exemple, Herrmann *et al.* ont observé que la réduction de la taille des particules de différentes cultures (maïs, seigle) peut permettre une augmentation de la production de méthane allant jusqu'à 13% [15]. Des études sur l'effet du broyage des restes alimentaires ont aussi été réalisées. Il a été montré qu'une réduction de la taille des particules à 2 mm permet une augmentation de la production de méthane d'au moins 20% [17]. D'autres études ont également mis en évidence l'augmentation de la production de méthane grâce à la réduction de la taille des particules [21], [36], [37], [38].

Les effets du broyage varient suivant le substrat étudié. Il a notamment été relevé que pour des substrats facilement dégradables par hydrolyse, la réduction de la taille des particules améliore la cinétique lors de cette première étape de dégradation, qui est censée être l'étape limitante de l'entier du procédé de dégradation anaérobie [16], [18]. Ceci peut conduire à une accumulation d'acides gras volatils dans le réacteur, engendrant une inhibition de la production de biogaz [8], [16], [18]. Ce phénomène a été reporté par Izumi *et al.* [18] qui ont mis en évidence que pour de trop petites particules, les acides gras volatils s'accumulaient, ce qui provoquait une baisse du pH ayant un effet inhibiteur sur les méthanogènes, microorganismes responsables de la production de méthane.

Malgré cela, certaines études démontrent que si l'augmentation d'acides gras volatils est modérée et que le pH ne diminue pas excessivement, la production de biogaz peut être augmentée, principalement si le substrat considéré contient une grande quantité de fibres et a une biodégradabilité faible. Le broyage permettrait de libérer des particules facilement dégradables, qui ne sont pas toujours disponibles pour les bactéries sans une réduction de la taille des particules [6], [18].

D'une façon générale il apparaît que l'impact positif soit observé pour un broyage très fin (ordre de grandeur 0.1 mm). Pour de nombreux substrats solides un broyage est dans tous les cas indispensable pour pouvoir prélever des échantillons pour analyses. Là encore la diversité des résultats conduit à envisager une vérification préalable de l'impact d'un tel broyage sur les substrats et dans les conditions de la présente étude.

5. Ratio inoculum / substrat

La stabilité des tests BMP dépend fortement du ratio inoculum/substrat (I/S), exprimé en $g VS_{inoculum} / g VS_{substrat}$. En effet, pour prévenir des inhibitions, la quantité de substrat ne doit pas être trop importante par rapport à la quantité d'inoculum. Avoir un ratio I/S optimal dans le digesteur assure la présence des trois groupes de bactéries nécessaires pour la fermentation de la matière organique, en limitant la concentration en azote et/ou en acides gras volatils [12].

Eskicioglu *et al.* [12] ont étudié la digestion anaérobie de plantes de maïs, initialement cultivées pour la production de bioéthanol, à des ratios I/S allant de 0.46 $g VS_{inoculum} / g VS_{substrat}$ à 3.67 $g VS_{inoculum} / g VS_{substrat}$. Ils ont mis en évidence que la cinétique de production diminuait significativement lors de la diminution du ratio I/S, indiquant une surcharge initiale dans le réacteur ou un procédé d'inhibition au début de la digestion anaérobie. Malgré cela, la production finale de méthane était la même pour tous les ratios testés.

De leur côté, Li *et al.* [20] ont mené une étude sur la digestion anaérobie de résidus d'algues en testant différents ratios I/S, allant de 0.5 à 3 $g VS_{inoculum} / g VS_{substrat}$. Les résultats montrent que la production de méthane était significativement plus faible lorsque le ratio I/S était inférieur à 1. Ils ont constaté qu'avec des ratios I/S faibles, la méthanogénèse était inhibée par une concentration trop élevée en ammonium (NH_4).

La plupart des auteurs sont d'accord sur le fait qu'un ratio $I/S \geq 2$ permet d'éviter les inhibitions et permet d'atteindre la production maximale de méthane pour la plupart des substrats [41], [24], [13].

6. Co-digestion et additivité

La digestion anaérobie d'un substrat seul (également appelée monodigestion) peut présenter quelques inconvénients liés à la nature du substrat. Par exemple, les boues d'épuration ont une charge organique faible, ce qui n'est pas intéressant pour une installation de méthanisation. Le fumier a une faible charge organique ainsi qu'une concentration élevée en azote (N), laquelle peut avoir un effet inhibiteur sur les microorganismes méthanogène. Les déchets des récoltes et les déchets agroindustriels peuvent pour leurs parts avoir un manque d'azote. D'un autre côté, les déchets d'abattoir représentent un risque dû à une forte concentration en azote et/ou car ils contiennent de

longues chaînes d'acides gras volatils, qui sont les deux des inhibiteurs potentiels de l'activité méthanogène [24].

Dans un très grand nombre d'installations de digestion aujourd'hui, l'alimentation des digesteurs est constituée de plusieurs intrants de nature différente. Cela permet de maximiser la production de biogaz grâce à des substrats qui ont un potentiel méthanisable élevé, tout en évitant au maximum les risques d'inhibition et en garantissant la rentabilité économique des installations.

Il arrive dans certains cas que la co-digestion de deux ou plusieurs substrats puisse permettre de pallier à des carences d'un intrant particulier (carence en azote ou en éléments minéraux par exemple) et d'atteindre une production de méthane supérieure à celle d'un substrat seul [23], [24]. En d'autres termes, différents substrats peuvent avoir des caractéristiques complémentaires permettant d'améliorer leur biodégradation.

Par exemple, la co-digestion de déchets de pommes de terre avec des feuilles de betterave à sucre a été étudiée par Parawira *et al.* Un ratio I/S de 1.5 g $MS_{inoculum}$ /g $MS_{substrat}$ a été utilisé et des co-digestions avec différentes proportions des deux substrats ont été réalisées. Selon les résultats, la production, comparée à celle découlant des déchets de pommes terre et de feuilles de betteraves traités individuellement, a été augmentée respectivement de 31 à 62% et de 6 à 31% [31].

Un certain nombre d'études ont également montré que le rendement en méthane d'une co-digestion de deux substrats pouvait être plus important que la somme des rendements de chaque composé (effet synergétique) [9] [25] et qu'il n'est donc pas possible de considérer qu'il y a une additivité des résultats dans tous les cas.

Díaz *et al.* [9] ont étudié la co-digestion de quatre substrats : du fumier, des déchets d'abattoir, des déchets ménagers et des résidus de récolte (constitués de pailles, d'aliments pour les animaux, de fruits et de légumes). Ils ont réalisé des co-digestions de ces substrats en variant leurs proportions, en conditions thermophiles (55°C) et avec un ratio I/S fixé à 2 g $MSV_{inoculum}$ /g $MSV_{substrat}$. Il a également calculé le BMP de chaque co-digestion à partir des BMP mesurés pour chaque substrat séparément. Une différence de 3 à 43% a pu être observée entre les valeurs calculées et celles mesurées, ce qui suggère l'existence d'une synergie entre les substrats [7]. Il est important de noter que le rendement de chaque composé a été mesuré pour le composé « brut », sans apport de nutriments ou d'éléments traces pour atteindre des conditions idéales de digestion.

D'autres études ont quant à elles mis en évidence un principe d'additivité des résultats pour certaines co-digestions. P. Camacho *et al.* [7] ont étudié la co-digestion de boues de STEP ainsi que de déchets d'industries agro-alimentaires et cosmétiques, principalement des résidus graisseux. Différents pourcentages boues/grasses ont été étudiés de 0 à 100% avec un ratio I/S de 1 g $MSV_{inoculum}$ /g $DCO_{substrat}$. Les résultats ont montré une bonne corrélation entre le potentiel de méthane théorique calculé à partir du potentiel de méthane propre à chaque substrat, et le potentiel de méthane obtenu lors des tests BMP. Ces résultats décrivent une additivité des potentiels méthane de chaque substrat lorsque les microorganismes ont à disposition les nutriments et autres éléments nécessaires à une digestion complète de chaque substrat.

L'étude menée par Astals *et al.* [2] a de son côté mis en avant une synergie entre les substrats (cellulose, caséine et huile d'olive), menant à une amélioration de la cinétique de la digestion anaérobie. Cependant, le résultat final de la production de méthane n'en était pas affecté et le principe d'additivité était applicable.

Enfin, Girault *et al.* [13] ont montré par leur étude que l'observation de synergie ou l'application possible du principe d'additivité dépendaient du substrat principal utilisé. En effet, des synergies ont été observées lors de l'utilisation de purins porcins ou bovins alors qu'en utilisant des boues activées comme substrat principal, aucune synergie n'était observée et le principe d'additivité était applicable.

Là encore, la diversité des résultats obtenus et des conditions d'expérimentation ne permettent pas de conclure sur l'additivité des résultats de BMP, avec la procédure expérimentale standard définie pour ce projet. Il faut rappeler que cette procédure a été définie afin que les conditions de la digestion soient optimales, ce qui n'est pas toujours le cas dans les différentes expérimentations évoquées ci-dessus. Cet aspect sera donc également considéré au cours de la présente étude.

7. Production résiduelle du digestat

Le digestat est le produit résidu de la méthanisation. Il est constitué de microorganismes, de matières organiques non dégradées et de matières minérales.

La mesure de la production résiduelle du digestat permet d'étudier l'efficacité de la digestion dans l'installation de méthanisation. En effet, plus la digestion anaérobie a été efficace, moins il restera de matière organique biodégradable dans le digestat.

Banks *et al.* [5] ont réalisé une étude sur l'application d'un test de potentiel de biogaz résiduel proposé par Walker *et al.* [42]. Ce test consiste à réaliser l'équivalent d'un test BMP en remplaçant le substrat par le digestat et en mesurant la quantité de biogaz produite ainsi que sa composition. Ils sont appelés les tests RBP (Residual Biogas Potential).

Pour leur étude, Banks et son équipe ont récoltés des échantillons de digestats de 22 installations de méthanisation différentes. Pour mesurer la production résiduelle de biogaz, chaque échantillon a été mélangé à un inoculum provenant d'une installation de digestion d'une station d'épuration des eaux. Les tests ont été réalisés en triplicat sur une période de 28 jours. Le volume de biogaz produit et sa composition ont été mesurés manuellement. De plus, afin d'étudier la composition du digestat et sa stabilité, une mesure des acides gras volatils (AGV) a été réalisée pour chaque échantillon.

Les résultats sont passablement variables, allant de 0.032 à 0.381 l biogaz / g VS. Les teneurs en AGV varient quant à elles de 19.2 à 9262.8 mg / l.

Certains échantillons ont un profil classique de production résiduelle pour un digestat bien stabilisé, avec environ la moitié de la production totale de biogaz se déroulant les 2-3 premiers jours, suivie par une longue queue provenant de matière moins facile à dégrader.

D'autres échantillons ont une courbe de production indiquant une proportion élevée de matière difficilement biodégradable avec une production de biogaz n'atteignant pas de plateau à la fin du temps imparti pour l'expérience.

Deux échantillons ont par ailleurs montré une inhibition les premiers jours de test. L'une d'entre elles peut facilement être expliquée par une concentration élevée en AGV. L'autre, en revanche, est plus difficilement justifiable.

En général, les résultats indiquent que la limite fixée par Walker *et al.* [42] à 0.25 l biogaz / g VS est appropriée et atteignable pour la majorité des digestats testés. Les résultats supérieurs à cette limite indiquent qu'il y a une possibilité d'améliorer les performances de l'installation de méthanisation.

De ces études il ressort que la production résiduelle de méthane des digestats est très variable et surtout très dépendante de la durée du test, car une faible production peut se poursuivre sur un temps très long au-delà des temps habituels d'expérience. Utilisée surtout pour quantifier un phénomène de relargage de gaz à effet de serre (le CH₄), la productivité résiduelle des digestats ne permet pas pour l'instant d'apprécier le fonctionnement des digesteurs.

Partie III : Matériels et méthodes - Etude préliminaire

8. Installation AMPTS II

L'installation AMPTS II suit les mêmes principes de mesure que les tests BMP conventionnels. La production de méthane y est mesurée pour pouvoir ensuite calculer le BMP des substrats testés.

Ce qui diffère principalement d'une méthode de mesure conventionnelle est le fait que les mesures sont automatiques durant l'entier de la période d'incubation, ce qui réduit significativement le temps de travail pour un tel test BMP.

L'installation peut être divisée en trois parties distinctes, comme présenté sur la figure 1.

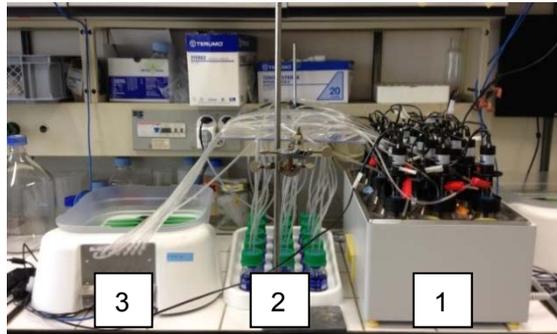


Figure 1: Installation AMPTS II

Partie 1 : Unité d'incubation. Elle peut contenir jusqu'à 15 bouteilles (réacteur) de 0.5L dans lesquelles l'inoculum et les substrats sont incubés à la température désirée. Le média dans chaque réacteur est mélangé par un agitateur en rotation lente. Le biogaz continuellement produit dans chaque bouteille s'en échappe par un tube reliant la partie 1 à la partie 2 de l'installation.

Partie 2 : Unité de fixation du CO_2 . Le biogaz produit dans chaque réacteur passe dans une petite bouteille contenant une solution alcaline (solution de NaOH 3M). La fraction acide du biogaz (CO_2 et H_2S) est retenue par une interaction chimique avec le NaOH afin de permettre uniquement au CH_4 de passer à la dernière partie de l'AMPTS II. Un indicateur de pH est ajouté à la solution alcaline afin de contrôler la capacité de rétention des acides de la solution.

Partie 3 : Appareil de mesure du volume de méthane produit. Le CH_4 relâché par la partie 2 est mesuré grâce à cet appareil de mesure du flux de gaz. Il est constitué d'un bassin rempli d'eau dans lequel 15 clapets sont immergés, chaque clapet recevant le CH_4 produit dans un des réacteurs. A chaque lever de clapet, le volume de CH_4 correspondant est enregistré. La pression et la température sont également mesurées afin de présenter des résultats en conditions normales. Un système intégré d'acquisition de données est utilisé pour enregistrer, présenter et analyser les données. De plus, il est possible en tout temps de suivre l'évolution de la production grâce à un programme informatique présentant les données en temps réel (figure 2).

Cells to display in graph



Accumulated gas volume [Nm³]

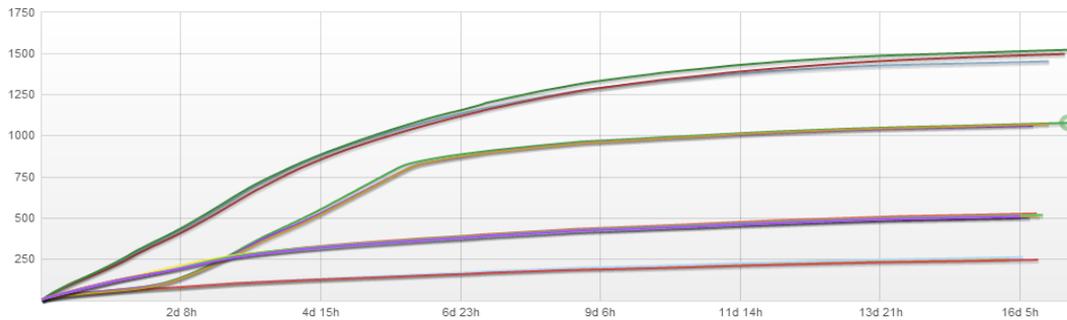


Figure 2: Suivi de production de méthane présenté par le système AMPTS II

A la fin d'une expérience, les données enregistrées par l'AMPTS II peuvent être exportées dans un fichier Excel, permettant ensuite de calculer le BMP de chaque substrat testé. De manière à connaître la production de méthane engendrée uniquement par le substrat (sans celle de l'inoculum), le résultat du blanc est soustrait à celui du test. Le BMP est calculé d'après l'équation suivante :

$$\text{BMP}_{\text{batch}} = \text{Prod}_{\text{batch}} - \left(\text{Prod}_{\text{moy}_{\text{blanc}}} * \frac{\text{Masse}_{\text{inoc}_{\text{batch}}}}{\text{Masse}_{\text{inoc}_{\text{blanc}}}} \right)$$

9. Méthode de mesures manuelles

Pour ce projet, la méthode de mesure manuelle mise au point lors du précédent projet a été utilisée. Cette méthode est décrite en détail dans le rapport final « Optimisation des tests standardisés de digestibilité dans des réacteurs batch » [3].

10. Inoculum

L'échantillonnage de l'inoculum se fait directement avant la préparation des tests, afin d'éviter un trop long stockage en milieu aérobic.

L'inoculum utilisé provient de la STEP de Morges dans laquelle une installation de digestion des boues est constituée de deux digesteurs en série. Celle-ci digère uniquement les boues créées par le traitement des eaux usées arrivant à la STEP, en moyenne 210 tonnes de boues par semaine, engendrant une production de biogaz d'environ 10'000 m³ par semaine. Par exemple, le graphique ci-dessous présente les quantités de boues introduites dans le digesteur primaire et la production de biogaz engendrée par la digestion durant l'année 2013.

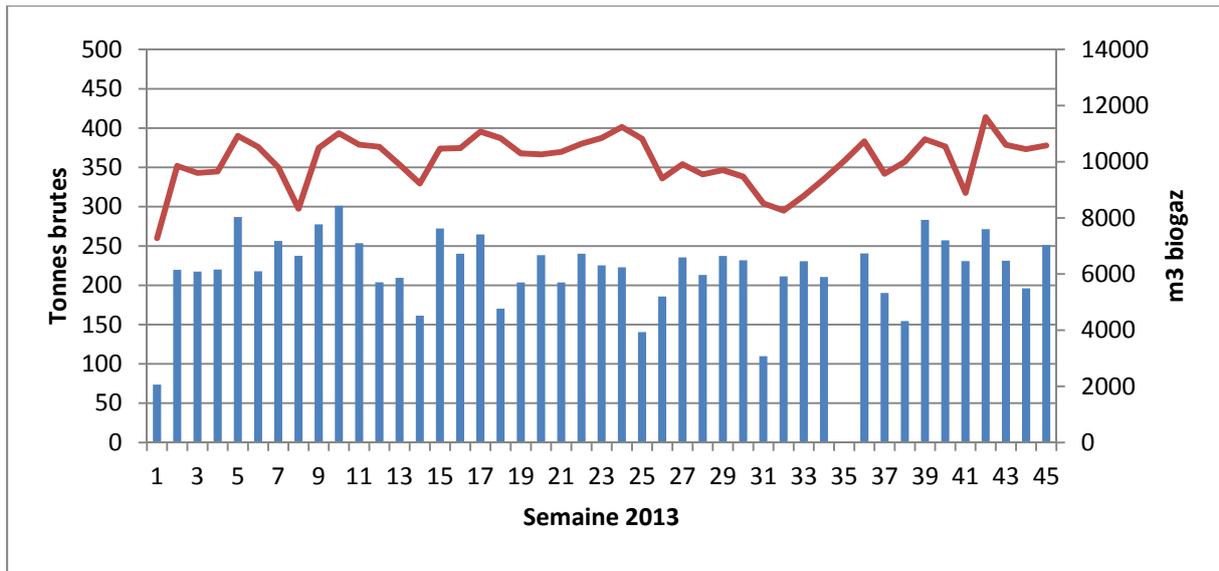


Figure 3 : Quantité hebdomadaire de boues traitées à la STEP de Morges et production de biogaz

L'inoculum est pris à la sortie du digesteur primaire. Les boues sont stockées dans un récipient en plastique rempli à ras bord pour limiter le contact avec l'air.

Une fois arrivé au laboratoire, les caractéristiques de l'inoculum sont directement déterminées : les teneurs en matière sèche (MS) et en matière sèche volatile (MSV). Si celle-ci est élevée, l'inoculum peut être dilué avec de l'eau désoxygénée pour atteindre une teneur en MSV de l'ordre de 32 g/L. Il est toutefois important de souligner qu'une telle dilution n'a pas été nécessaire pour ce projet. Les teneurs en MS et MSV sont déterminées selon des méthodes standard, décrites en détail en annexe I. Durant sa caractérisation, l'inoculum est stocké à température ambiante, au maximum 5 jours.

La détermination du pH, de la teneur en ammonium et en acides gras volatils (AGV) permet de vérifier la qualité de l'inoculum, ce qui est un facteur important pour la bonne conduite d'un test de digestibilité. Ces mesures n'ont pas été réalisées pour chaque expérience mais de façon périodique, l'inoculum semblant peu varier d'un prélèvement à l'autre. Les résultats ont confirmé la bonne qualité de l'inoculum. Ceux-ci sont présentés en annexe IV. Les méthodes de mesure sont en annexe I.

Avant le mélange de l'inoculum et des substrats, deux prétraitements ont été testés lors de différentes expériences.

Premièrement, une pré-incubation de l'inoculum a été réalisée pour certaines expériences. Il s'agit de digérer l'inoculum seul pendant environ 5 jours à 37°C avant l'incorporation des substrats.

Le second prétraitement étudié a consisté à une homogénéisation de l'inoculum avant son introduction dans les bouteilles. Pour cela, un mixeur de cuisine a été utilisé, afin d'éliminer au maximum les amas se trouvant dans l'inoculum.

Les résultats obtenus ont montré que pour ce type d'inoculum, une pré-incubation et/ou une homogénéisation n'étaient pas nécessaires. Pour plus d'informations concernant ces tests, il est possible de se référer à l'annexe II.

11. Substrat de référence

La cellulose a été choisie comme substrat de référence. En effet, elle est souvent utilisée comme test positif et est dès lors bien connue dans le domaine des tests BMP.

Si la cellulose était entièrement transformée en méthane, son BMP s'élèverait à 414 Nml / g MSV. Cependant une partie de la matière organique est utilisée pour la maintenance de la biomasse. Une valeur allant plutôt de 355 à 390 Nml CH₄ / g MSV est ainsi attendue.

Le fait de pouvoir comparer les résultats obtenus en laboratoire avec les valeurs théoriques permet de s'assurer, lors d'un test BMP, du bon déroulement de l'expérience et de la qualité de l'inoculum utilisé. Ceci permet également, si nécessaire, d'évincer une expérience lorsque les résultats de la cellulose ne sont pas satisfaisants. Pour chaque expérience, un test BMP a donc été effectué sur la cellulose. Une limite inférieure de 345 Nml CH₄ / g MSV a été fixée pour ce projet et pour les cas où cette valeur n'a pas été atteinte, les résultats de l'entier de l'expérience n'ont pas été pris en compte. Les résultats sont présentés à l'annexe III.

12. Préparation des tests

Afin d'ajuster le protocole proposé lors de la précédente étude [3] et également d'étudier l'impact de différents facteurs sur les résultats des tests BMP, un certain nombre d'expériences ont été réalisées en utilisant uniquement le substrat de référence. Les résultats de ces expériences sont présentés en détail dans l'annexe II.

Avant le lancement d'une expérience, il est nécessaire de mesurer les teneurs en matière sèche (MS) et en matière sèche volatile (MSV) de l'inoculum et des substrats (méthode décrite en annexe I). Ces résultats permettent de calculer les quantités d'inoculum et de substrat à introduire dans chaque batch, afin de respecter le ratio inoculum/substrat fixé à 4 g VS_{inoculum} / g VS_{substrat} lors du projet précédent.

Initialement, il avait été décidé d'introduire 400 g au total dans chaque batch. Il a cependant été constaté qu'il était préférable de remplir un peu plus les batchs des expériences avec les installations AMPTS II pour éviter un trop grand dôme gazeux. Une masse totale de 450 g a donc finalement été fixée pour ce type d'expériences.

Pour connaître la production endogène de méthane de l'inoculum, des blancs (uniquement de l'inoculum, sans substrat) en triplicat ont été prévus. Cependant, pour une question de places disponibles dans les AMPTS II, il a été décidé de réduire le nombre de blancs à deux par expérience. La production de méthane moyenne des blancs a ensuite été soustraite de la production des substrats testés.

Les résultats de la production résiduelle de l'inoculum sont présentés en annexe III. Ceux-ci permettent de constater que l'inoculum est assez stable et qu'il est donc possible de s'y fier.

Pour chaque substrat, les tests ont également été effectués en triplicat. Le substrat a été ajouté à l'inoculum dans chaque bouteille, en respectant le ratio I/S fixé (4 g VS_{inoculum} / g VS_{substrat}).

Après le mélange des substrats et de l'inoculum, les bouteilles ont été fermées hermétiquement et leur dôme gazeux a été rincé avec un mélange de 60% d'azote (N₂) et 40% de dioxyde de carbone (CO₂) pour les expériences avec les AMPTS II et uniquement avec de l'azote (N₂) pour les expériences manuelles. Les batchs ont ensuite été incubés à 37°C pour effectuer une digestion en conditions mésophiles. Les expériences ont été arrêtées lorsque la production journalière de CH₄ était très faible par rapport à la production totale (<1%).

Le Tableau 1 récapitule le protocole utilisé pour ce projet.

Tableau 1 : Récapitulatif du protocole utilisé pour les installations AMPTS II

Paramètre	Description	Justification / Remarque
<i>Inoculum</i>		
Provenance	Boues digérées de la STEP de Morges	Inoculum testé et validé dans le projet précédent.
Analyse de qualité	Contrôle positif effectué et mesure de la MS, de la MSV, du pH, des AGVs et du NH ₄	Ces contrôles permettent de garantir que le milieu microbien de l'inoculum est de bonne qualité.
Stockage	L'inoculum peut être stocké quelques jours à température ambiante avant le début du test	Le stockage à température ambiante permet de conserver l'inoculum sans modifier ses caractéristiques. Un stockage à 4°C risque de créer des inhibitions dues à un ralentissement des micro-organismes responsables de la méthanisation.
<i>Substrats</i>		
Stockage	Afin de conserver au mieux les substrats, il est possible de les stocker à 4°C ou de les congeler	Les impacts des différentes solutions des stockages varient suivant la source de substrats. Il est important de déterminer ces impacts sur le résultat du test.
Prétraitement	Un prétraitement des substrats peut être nécessaire pour qu'ils puissent être manipulés en laboratoire. Un broyage peut être indispensable pour les substrats de grande taille et/ou hétérogènes	L'impact du broyage sur le résultat du test dépend du type de substrat. Il est donc nécessaire d'en tenir compte lors de l'analyse des résultats.
Analyse de la composition	Mesure de la MS et de la MSV	Ces mesures permettent de déterminer la part de matière organique contenue dans le substrat
<i>Test de digestibilité</i>		
Volume du test	Le volume des bouteilles est d'environ 500ml Phase aqueuse : env. 450ml Ciel gazeux : env. 50 ml	Le système AMPTS II mesurant la production de gaz en temps réel, il n'y a pas besoin d'avoir un grand espace de stockage, le ciel gazeux peut donc être petit.
Réplicats	3 pour les substrats, 2 pour les blancs et 1 pour la cellulose	Le nombre de places étant limité dans les installations AMPTS II, il a été décidé de se contenter de 2 blancs et 1 cellulose pour pouvoir tester le plus de substrats possible.
Température	37°C (digestion mésophile)	L'inoculum choisi provient d'un digesteur mésophile. Il est donc nécessaire de réaliser les tests sous les mêmes conditions.

Ratio Inoculum/substrat (I/S)	Le ratio $MSV_{inoculum}/MSV_{substrat}$ est fixé à 4/1. Cas particulier : 1/1 pour les déchets verts	Ce ratio a été fixé lors de la précédente étude. Il garantit un milieu de digestion robuste et peu sensible à une acidification. Le ratio a été réduit pour les déchets verts car ils ont un faible BMP.
MSV_{totale}	La teneur en MSV_{totale} (inoculum + substrat) est de l'ordre de 30 g/L	La teneur fixée lors de la précédente étude était de 40 g/L. La teneur en MSV de l'inoculum étant assez faible, elle n'a pas permis de respecter cette valeur. Une teneur de 30 g/L permet toutefois d'éviter une production de gaz trop élevée et un milieu trop dilué.
Complémentation du milieu	Aucun ajout n'est réalisé	Le rajout de nutriments, vitamines ou éléments traces peut optimiser la dégradation du substrat par rapport à sa dégradation dans les conditions réelles, ce qui voulait être évité pour le projet.
Ciel gazeux	Au début de chaque expérience, le dôme gazeux des batchs sont rincés avec un mélange de 60% de N_2 et 40% de CO_2	Le rinçage permet d'évacuer l'oxygène. Il permet d'atteindre les conditions anaérobies nécessaires à la dégradation. De plus, l'utilisation d'un mélange N_2/CO_2 permet d'éliminer l'option de correction automatique de l'AMPTS II.

13. Tests de prétraitement des substrats

Pour déterminer l'impact que pouvait avoir certains procédés de conservations et de prétraitement des substrats sur les résultats des tests BMP, des expériences ont été réalisées avec des échantillons provenant de l'installation de méthanisation de Villeneuve.

13.1 Impact du broyage

Les déchets verts de Villeneuve sont broyés sur place à 10 cm avant leur entrée dans le digesteur. Bien que leur taille soit déjà passablement réduite, ils restent trop grossiers pour être utilisés tels quels lors des tests BMP en laboratoire. Il a donc été décidé de tester deux tailles de broyage, 10 mm et 4 mm et de comparer les résultats afin d'étudier l'impact du broyage sur le BMP de ce substrat et de voir si un broyage plus fin permettait de limiter la dispersion des résultats par une meilleure homogénéisation du substrat.

Le graphique ci-dessous présente les résultats de cette étude, effectuée sur trois échantillons différents de déchets verts.

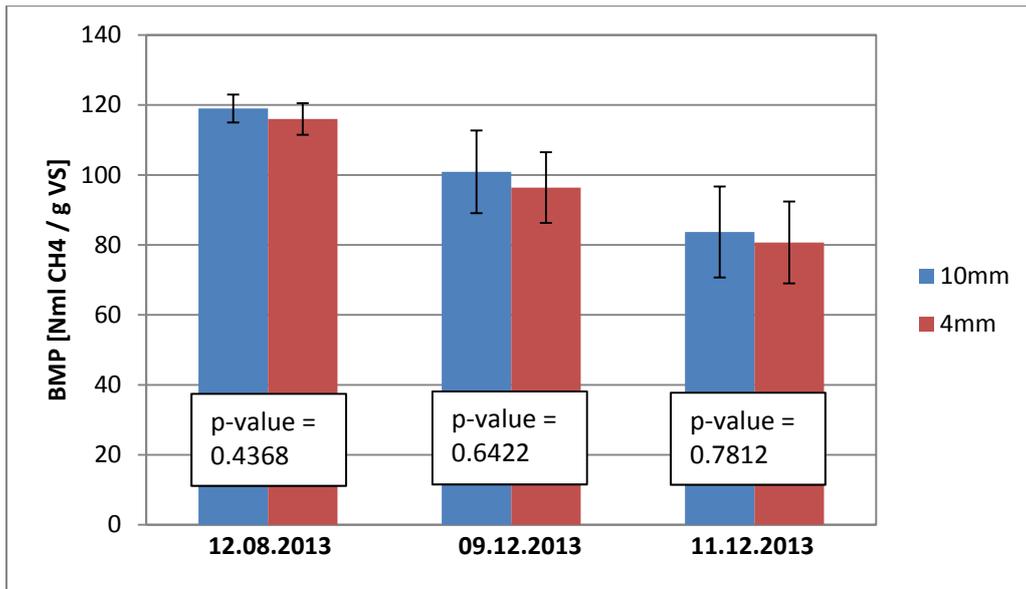


Figure 4: Comparaison des BMP de trois échantillons de déchets verts broyés à 10mm et 4mm

Bien qu'il y ait une petite différence entre les deux tailles de broyage, il a été montré à l'aide d'un test statistique de Student que celle-ci n'était pas statistiquement significative, comme l'indique les valeurs de P-value. Pour plus d'informations sur le test de Student, il est possible de se référer à l'annexe IV.

De plus, la dispersion des résultats n'a pas été améliorée par le broyage à 4 mm. Il a donc été décidé, pour la suite de l'étude, qu'il n'était pas nécessaire de travailler avec deux tailles de déchets verts et qu'un broyage à 10mm était suffisant.

13.2 Impact de la congélation

Comme présenté dans l'étude bibliographique, la congélation est un bon moyen de conservation mais peut également avoir des impacts sur la structure des cellules du substrat et ainsi modifier les résultats des tests BMP.

Le BMP de trois échantillons frais a été mesuré. Puis, ces échantillons ont été congelés et une seconde expérience a été réalisée après décongélation.

Le graphique ci-dessous présente les résultats de cette comparaison. Il met en évidence que la congélation n'a pas d'impact significatif sur le BMP de ces types de substrats, comme l'indique les P-values calculées à l'aide du test de Student, avec un intervalle de confiance de 95%.

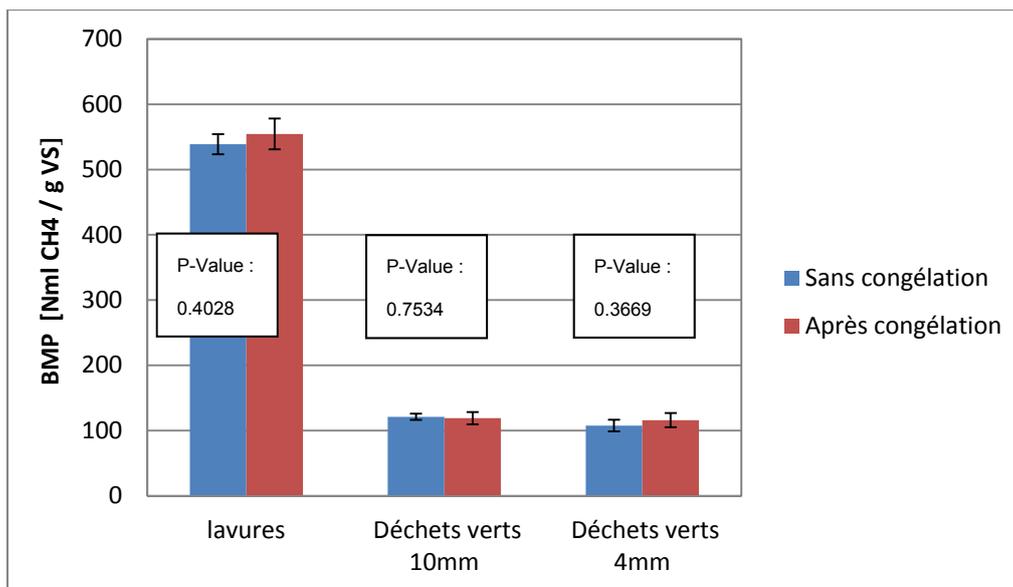


Figure 5: Comparaison des BMP de trois échantillons digérés une première fois frais et une seconde fois après congélation/décongélation

Sur la base de ces résultats, il a été décidé de conserver les substrats par congélation, lorsque leur utilisation n'était pas possible directement après l'échantillonnage, en partant du principe de la congélation n'avait pas d'effet significatif sur les résultats.

14. Co-digestion

En parallèle aux tests BMP effectués avec les installations AMPTS II sur les échantillons de Villeneuve et de Berne, différents tests de co-digestion ont été réalisés manuellement.

Ils permettent d'étudier le principe d'additivité, qui veut que la somme des BMP de substrats digérés seuls soit égale au BMP de la co-digestion.

Afin de déterminer si le principe d'additivité est applicable au projet, la valeur du BMP de la co-digestion a été d'une part mesurée et d'autre part calculée sur la base des BMP des substrats digérés seuls pour chaque test de co-digestion effectués. Les résultats ont été comparés et un test de Student avec un niveau α fixé à 5% a été réalisé pour déterminer si la différence était statistiquement significative ou non.

Les résultats de ces tests de co-digestions sont présentés sur la Figure 6.

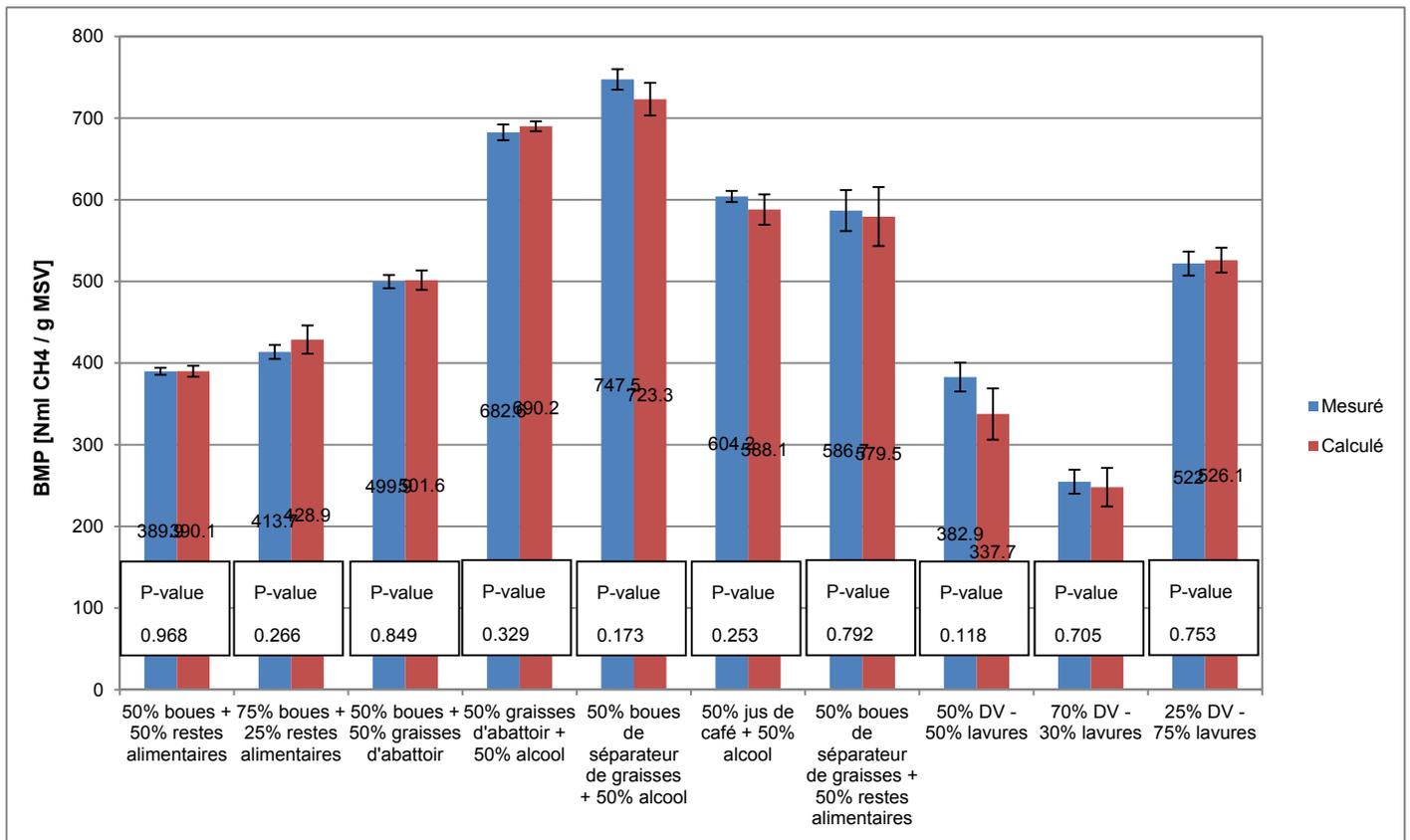


Figure 6 : Résultats des co-digestions effectuées avec des substrats provenant de Berne et de Villeneuve

Les p-values calculées pour chaque co-digestion montrent qu'il n'est pas possible de rejeter l'hypothèse qui veut que le BMP calculé soit égal au BMP mesuré. Le principe d'additivité est donc validé et applicable pour la suite de l'étude.

Partie IV : Analyses en laboratoire des substrats des installations industrielles

15. STEP de Berne

15.1 Présentation de l'installation

La station d'épuration de la Ville de Berne est l'une des plus grandes STEP de Suisse. Elle traite environ 300'000 équivalents habitants (EH).

La filière de traitement des eaux est la suivante :

- Les eaux sont décantées dans un décanteur primaire de façon à extraire une quantité maximale de boues primaires et à réduire les matières en suspension (MES) à destination de la biologie ;
- Les eaux décantées sont alors traitées en biologie dans des biofiltres, avec une production réduite de boues secondaires.

Depuis plus de 10 ans, les boues fraîches produites à la STEP sont digérées afin d'exploiter leur pouvoir énergétique, selon un procédé liquide infiniment mélangé. Pour cela, la STEP dispose de trois digesteurs de 6000 m³. La digestion se fait en conditions mésophiles, c'est-à-dire à environ 35°C.

En addition aux boues fraîches de la STEP, et afin d'augmenter le production de biogaz, un grand nombre de co-substrats sont traités dans les digesteurs. Ces co-substrats peuvent être variables dans le temps en fonction des opportunités de traitement. Durant la période étudiée, la STEP a réceptionné et traité par digestion :

- Des restes alimentaires provenant de cantines, restaurants
- Des boues de séparateurs de graisses
- Des graisses d'abattoir
- Des effluents agro-alimentaires
- Du lactosérum
- De l'alcool industriel (éthanol)
- Des jus de café.

Les deux premiers digesteurs fonctionnent en parallèle et sont alimentés de façon alternée, toutes les deux heures. La matière sortant de ces deux digesteurs est introduite dans le 3^{ème} digesteur. A la sortie de celui-ci, une grande partie du digestat est éliminée alors qu'une petite partie est recirculée dans les digesteurs 1 et 2.

Les co-substrats peuvent suivre des procédures différentes selon leur nature :

- Les déchets alimentaires sont pré-traités dans une ligne spéciale afin d'être homogénéisés et de retirer d'éventuels composés indésirables (verre, plastique) ;
- Les graisses sont stockées dans des cuves à haute température (50°C) afin de garantir leur fluidité et améliorer leur dispersion à leur entrée dans les digesteurs ;
- Les effluent liquides sont stockés et introduits en l'état.

Afin de favoriser le mélange dans les digesteurs les co-substrats solides et gras sont préalablement mélangés au digestat afin d'être introduits dans les premiers digesteurs. Un schéma présentant le parcours des co-substrats se trouve en annexe VI.

Le biogaz produit est stocké dans un gazomètre avant d'être acheminé jusqu'à une station d'épuration et d'enrichissement par lavage à l'amine. Le biométhane ainsi généré est injecté dans le réseau de gaz naturel.

Un schéma général de la STEP et du traitement des co-substrats sont en annexe VI et VII.

15.2 Echantillonnage

Afin d'étudier en laboratoire le substrat principal et les co-substrats traités à Berne, une période d'échantillonnage a été définie, de février à mai 2014. Il a été prévu de prélever des échantillons durant une semaine par mois.

Il a été décidé, après discussion avec le responsable d'exploitation, de confier l'échantillonnage aux collaborateurs de la STEP de Berne, les livraisons des co-substrats étant très variables.

Il a été demandé que durant chaque semaine d'échantillonnage, deux à trois échantillons de minimum un litre de chaque substrat soient prélevés à des dates différentes. Ces échantillons ont ensuite été conservés au congélateur et transportés à la fin de chaque semaine à l'EPFL.



Figure 7 : Echantillon de boues fraîches



Figure 8 : Echantillon de restes alimentaires



Figure 9 : Echantillon de jus de presse de café



Figure 10 : Echantillon de lactosérum

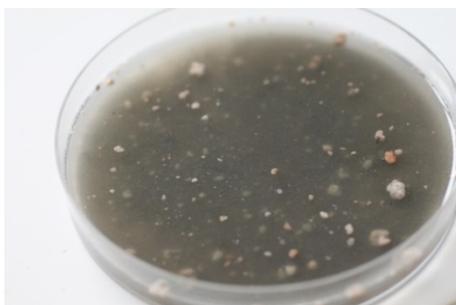


Figure 11 : Echantillon de boues de séparateur de graisses



Figure 12 : Echantillon de restes de l'industrie alimentaire



Figure 13 : Echantillon de graisses d'abattoir

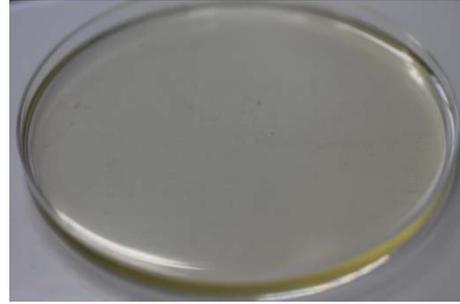


Figure 14 : Echantillon d'alcool industriel



Figure 15 : Echantillon de digestat

15.3 Résultats d'analyses des substrats de la STEP de Berne

Une fois les échantillons prélevés, ils ont été amenés et stockés en laboratoire, habituellement au congélateur lorsqu'il n'était pas possible de les analyser directement.

Pour chaque échantillon, des mesures de MS et de MSV ont tout d'abord été effectuées, puis des tests BMP ont été réalisés.

Les résultats pour les substrats et co-substrats de la STEP de Berne sont présentés ci-dessous. Aucune influence de la période d'échantillonnage n'ayant été mise en évidence par les résultats, une moyenne générale des teneurs en MS et MSV et du BMP de chaque substrat a été calculée, ainsi qu'un écart-type pour chaque valeur, prenant en compte la variation mesurée pour chaque échantillon. Le calcul appliqué pour déterminer l'écart-type global est décrit en annexe V.

15.3.1 Boues fraîches

Les deux premiers graphiques représentent les mesures de MS et MSV effectuées sur les échantillons de boues fraîches, substrat principal de la STEP de Berne. Le troisième graphique présente quant à lui les résultats des tests BMP.

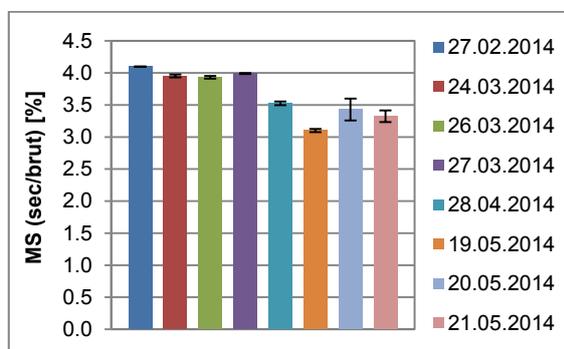


Figure 16 : Matière sèche des échantillons de boues fraîches

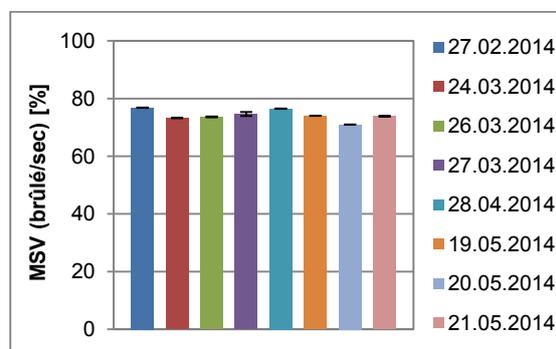


Figure 17 : Matière sèche volatile des échantillons de boues fraîches

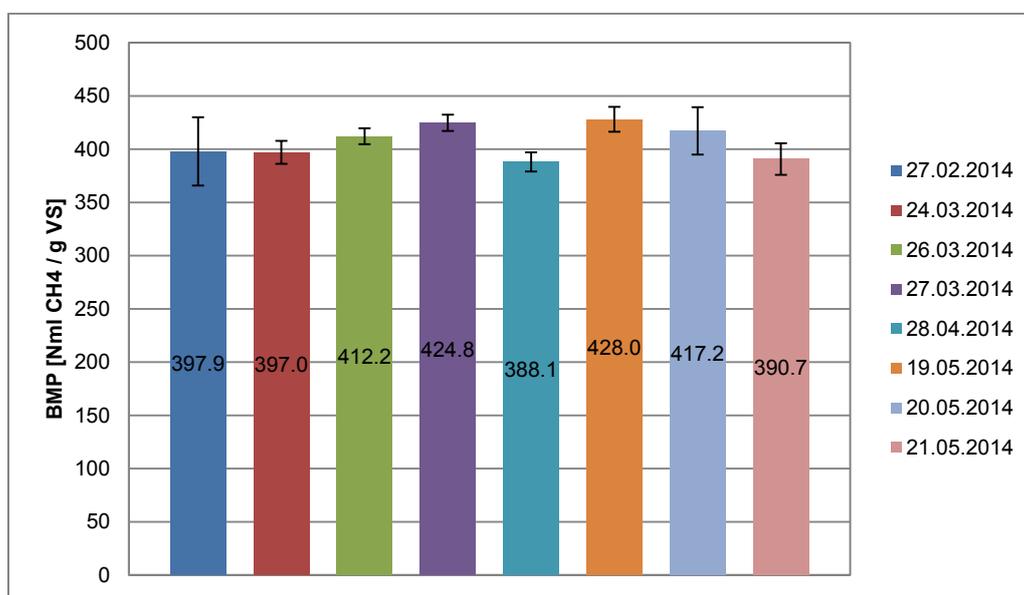


Figure 18 : BMP des échantillons de boues fraîches

Les résultats sont assez homogènes et ne présentent pas de variation saisonnière.

Les moyennes des MS, MSV et BMP sont respectivement 3.67 ± 0.37 %, 74.2 ± 1.8 % et 407 ± 22 Nml CH4 / g MSV.

Il faut noter que le potentiel méthanogène des boues est élevé par rapport aux valeurs de la bibliographie (plutôt 300 Nml CH4 / g MSV.). Cette caractéristique provient du fonctionnement particulier de la filière eau où la production de boues primaires, plus facilement biodégradable – donc plus méthanogènes- que les boues biologiques, est maximisée.

15.3.2 Restes alimentaires

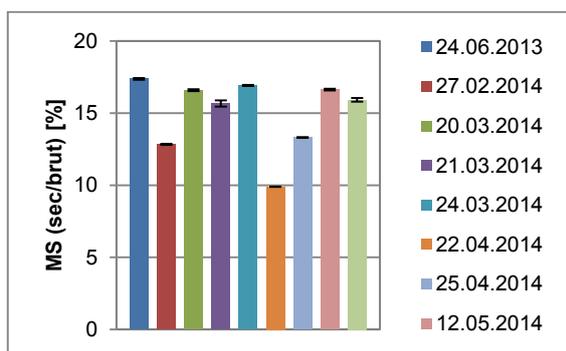


Figure 19 : Matière sèche des échantillons de restes alimentaires

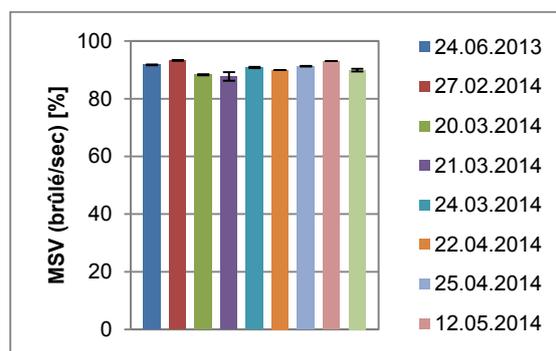


Figure 20 : Matière sèche volatile des échantillons de restes alimentaires

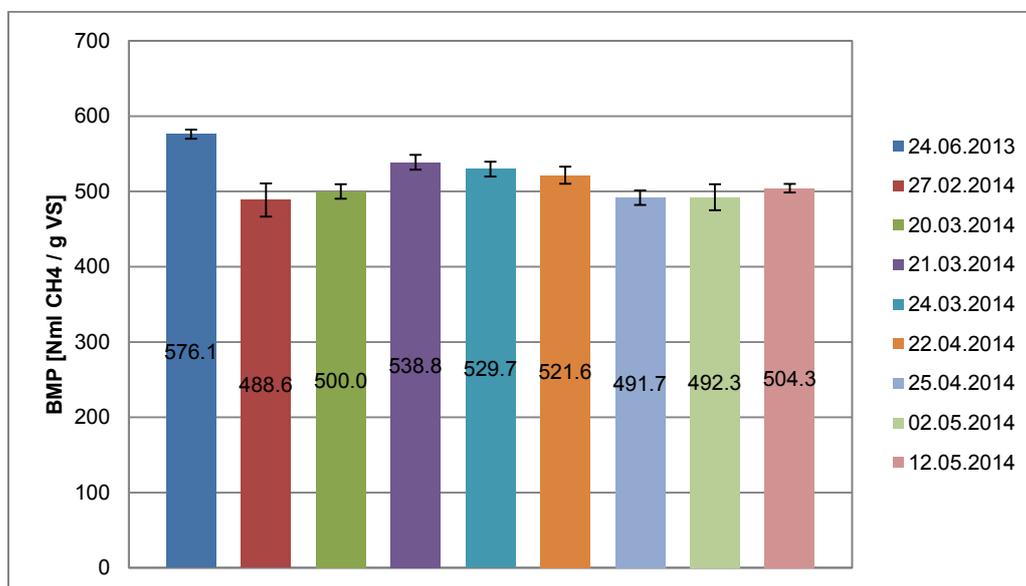


Figure 21 : BMP des échantillons de restes alimentaires

Le BMP ne varie que très peu d'un échantillon à l'autre. Par contre, il est possible de constater qu'il y a une plus grande variation des valeurs en MS des restes alimentaires. Ceci dépend fortement de la préparation préalable du substrat : en effet les équipements réalisant la séparation des composés indésirables résiduels, comme des emballages plastiques, fonctionnent avec une addition d'eau pour faciliter la séparation d'avec la matière organique. Il s'ensuit que, selon la quantité d'eau ajoutée, la siccité résultante du lot peut varier.

Les moyennes des MS, MSV et BMP sont respectivement 15.02 ± 2.35 %, 90.67 ± 2.03 % et 519 ± 30 Nml CH₄ / g MSV.

15.3.3 Jus de presse de café

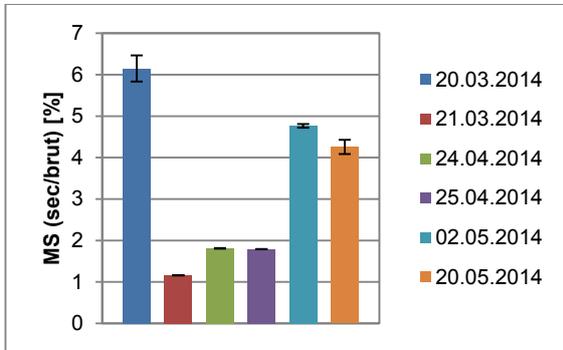


Figure 22 : Matière sèche des échantillons de jus de presse de café

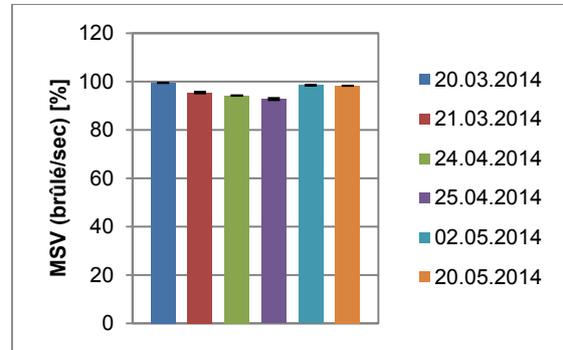


Figure 23 : Matière sèche volatile des échantillons de jus de presse de café

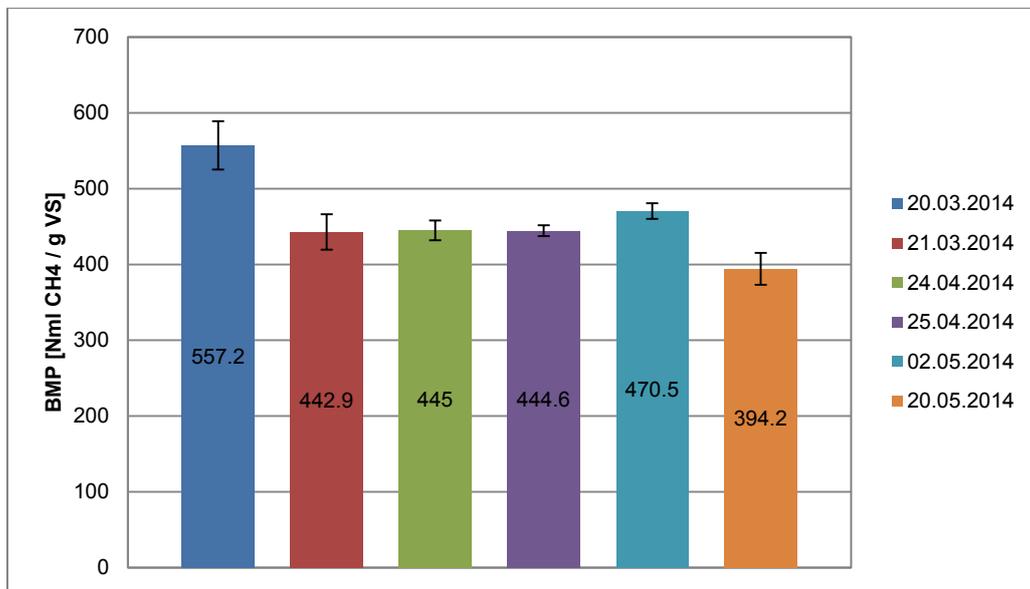


Figure 24 : BMP des échantillons de jus de presse de café

Les teneurs en MS diffèrent énormément d'un échantillon à l'autre pour ce substrat, sans que l'on sache l'attribuer à un phénomène en particulier. Il peut s'agir soit de variation intrinsèque des lots au niveau du process, soit de problèmes d'échantillonnage.

Par contre, il n'y a pas de grandes variations pour la teneur en MSV et le BMP.

Il a été décidé de garder toutes les valeurs et de travailler avec des moyennes.

Les moyennes des MS, MSV et BMP sont respectivement 3.32 ± 1.86 %, 96.45 ± 2.48 % et 459.1 ± 52.5 Nml CH₄ / g MSV.

15.3.4 Lactosérum

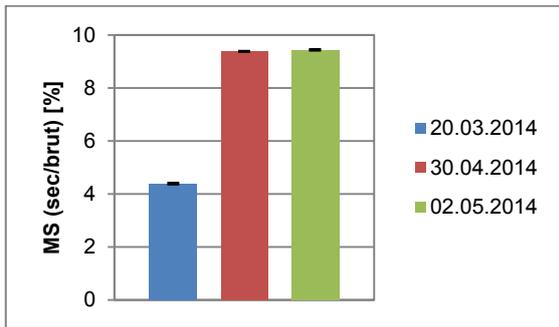


Figure 25 : Matière sèche des échantillons de lactosérum

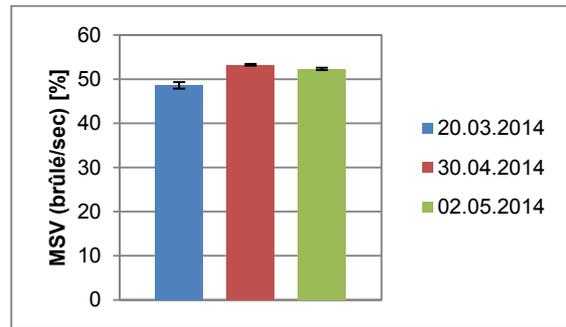


Figure 26 : Matière sèche volatile des échantillons lactosérum

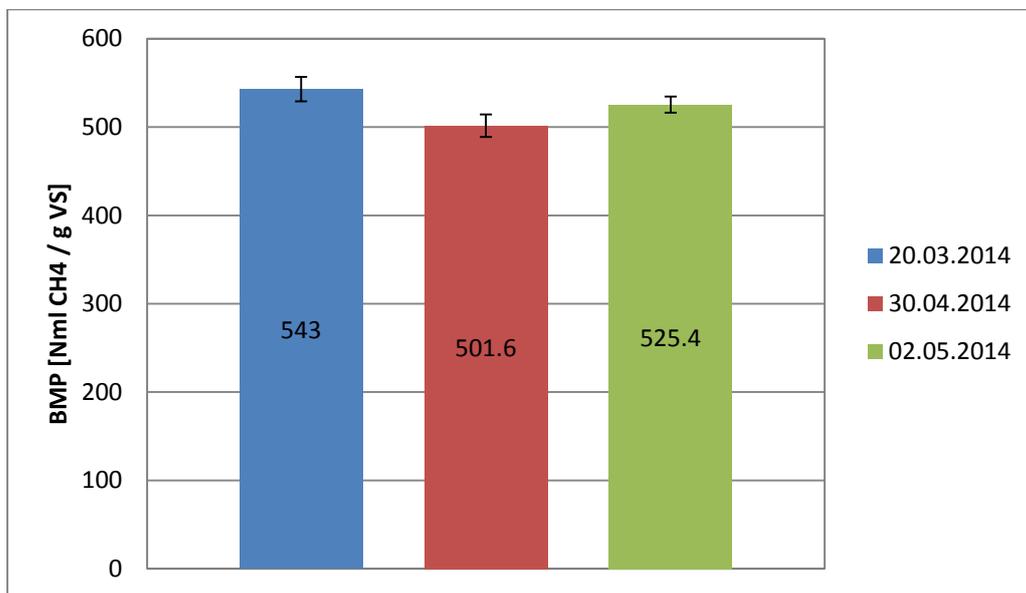


Figure 27 : BMP des échantillons de lactosérum

La teneur en MS du premier échantillon est très faible par rapport aux deux autres. Là encore il est difficile d'expliquer la raison de cette variation : il peut s'agir de la présence de quantités plus ou moins importante d'eaux de lavage ajoutées lors du rinçage des équipements de la fromagerie.

Il été décidé de conserver toutes les valeurs et de ne pas écarter ce premier échantillon pour la suite de l'étude.

Les moyennes des MS, MSV et BMP sont respectivement 7.74 ± 2.37 %, 51.40 ± 2.17 % et 526 ± 19 Nml CH4 / g MSV.

15.3.5 Boues de séparateur à graisses

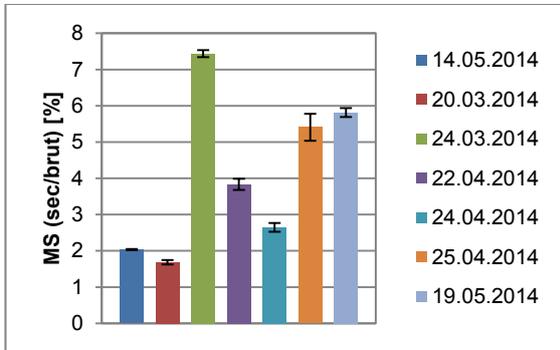


Figure 28 : Matière sèche des échantillons de boues de séparateur de graisses

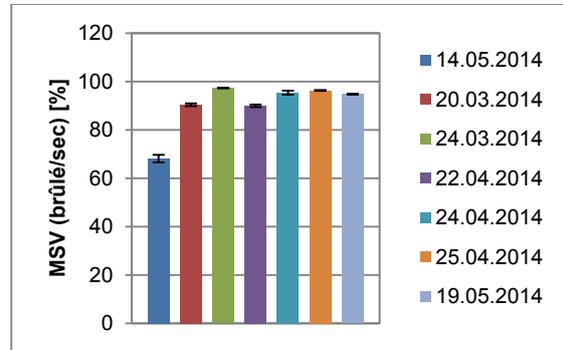


Figure 29 : Matière sèche volatile des échantillons de boues de séparateur de graisses

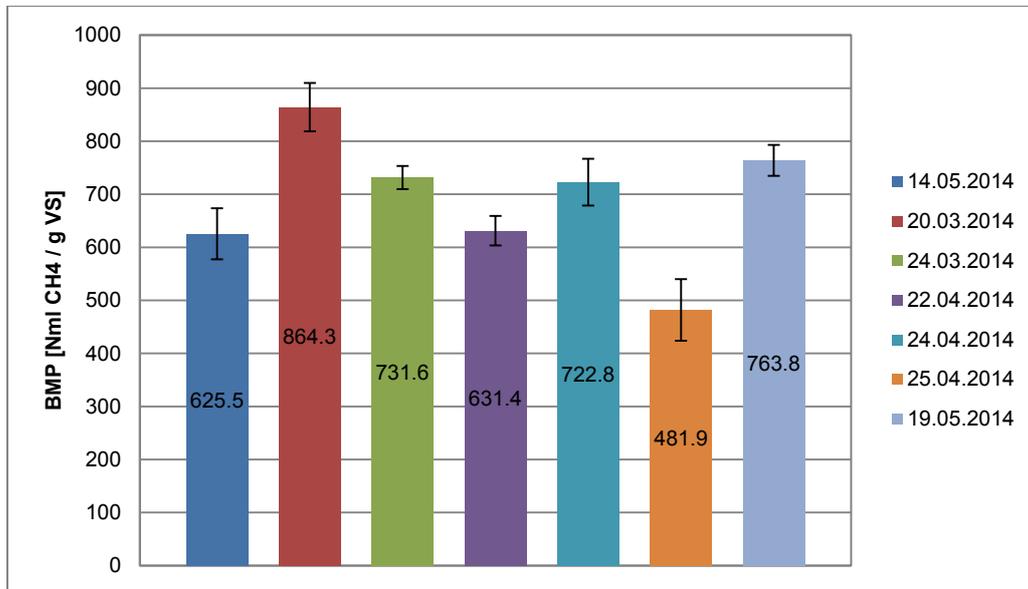


Figure 30 : BMP des échantillons de boues de séparateur de graisses

Les variations sont importantes pour ce substrat, autant pour les teneurs en MS et MSV que pour le BMP. La littérature rapporte généralement pour ce type de déchets des variations en matière sèche de 5% à 50% : en effet cela dépend des conditions de fonctionnement des séparateurs, des débits traités, de la fréquence de vidanges des cuves, etc..

Compte tenu du nombre d'échantillons analysé, on considèrera néanmoins que les moyennes sont représentatives du déchet global traité sur la station.

Les moyennes des MS, MSV et BMP sont respectivement 4.12 ± 2.02 %, 90.35 ± 9.52 % et 689 ± 124 Nml CH4 / g MSV.

15.3.6 Effluents de l'industrie alimentaire

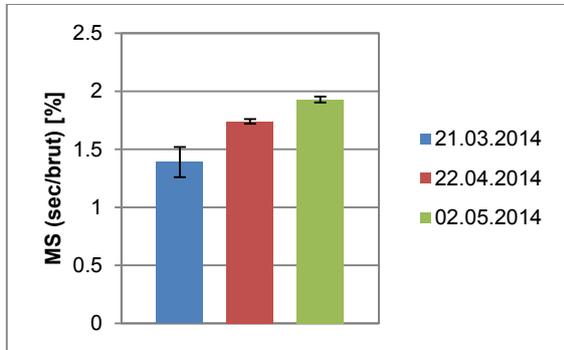


Figure 31 : Matière sèche des échantillons des restes de l'industrie alimentaire

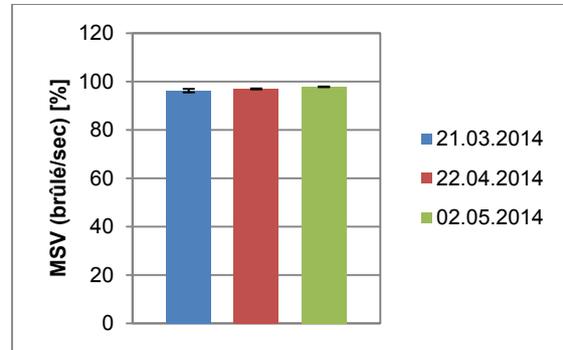


Figure 32 : Matière sèche volatile des échantillons des restes de l'industrie alimentaire

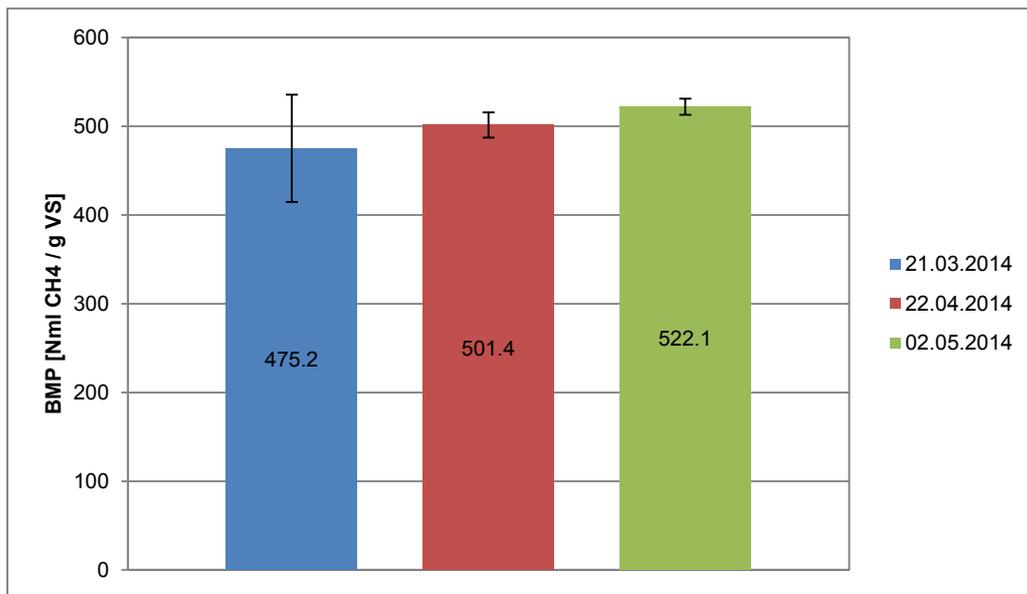


Figure 33 : BMP des échantillons des restes de l'industrie alimentaire

La teneur en MS varie, mais les valeurs sont très faibles (moins de 2%). Par contre, la teneur en MSV et le BMP sont assez constants d'un échantillon à l'autre.

Les moyennes des MS, MSV et BMP sont respectivement 1.69 ± 0.26 %, 97.03 ± 0.99 % et 500 ± 43 Nmi CH4 / g MSV.

15.6.7 Graisses d'abattoir

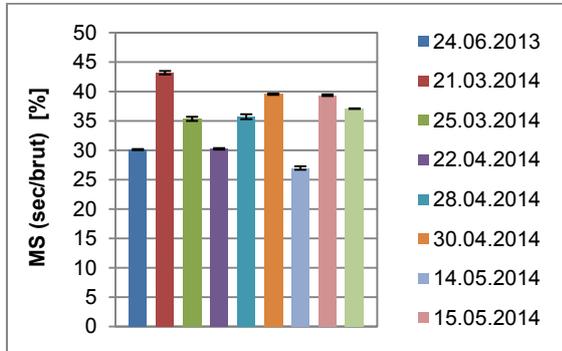


Figure 34 : Matière sèche des échantillons des graisses d'abattoir

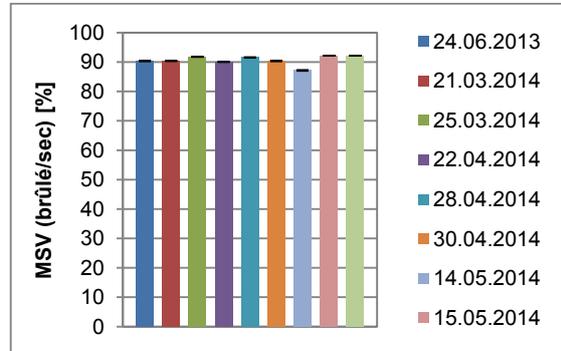


Figure 35 : Matière sèche volatile des échantillons des graisses d'abattoir

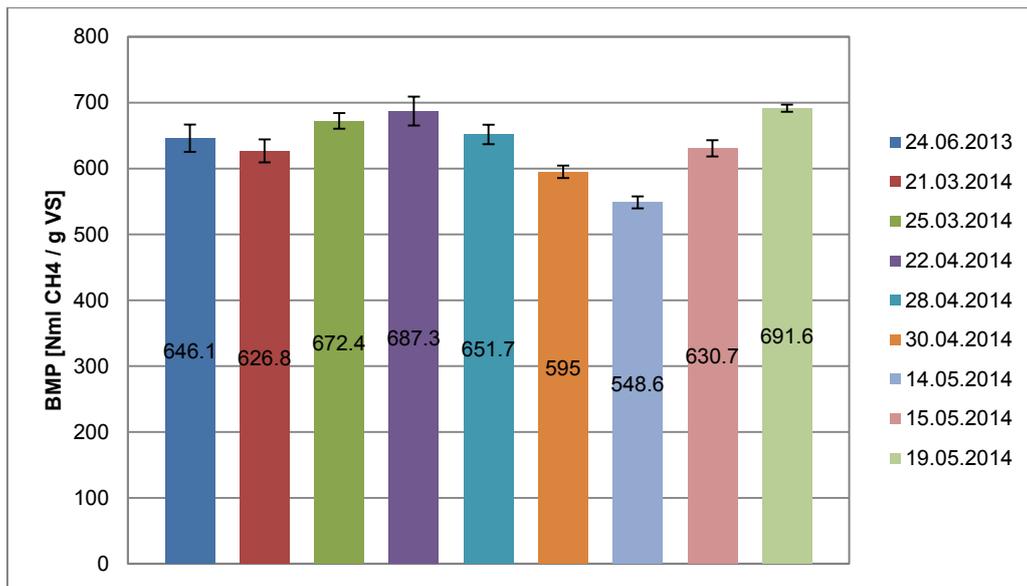


Figure 36 : BMP des échantillons de graisses d'abattoir

Les teneurs en MS et les BMP varient mais le coefficient de variation reste raisonnable (14% par exemple pour la teneur en MS). On considère que les moyennes sont représentatives du substrat global.

Les moyennes des MS, MSV et BMP sont respectivement 35.29 ± 4.99 %, 90.68 ± 1.48 % et 639 ± 48 Nml CH₄ / g MSV.

15.3.8 Alcool industriel

Pour les échantillons d'alcool industriel, il n'était pas possible de mesurer la teneur en matière sèche et organique de la même façon que pour les autres substrats puisque la méthode suppose d'appliquer une température (105 °C) supérieure à celle d'évaporation de l'alcool.

L'hypothèse qu'il s'agissait uniquement d'un mélange d'éthanol et d'eau a été faite. La détermination de la concentration en éthanol, le composant biodégradable de ces échantillons, a été effectuée en se basant sur les masses volumiques de l'eau et de l'éthanol. La démarche réalisée est décrite en détail dans l'annexe I. Les résultats ont ensuite été validés par une mesure de la DCO de chaque échantillon.

Pour l'expression du BMP, il a été considéré que la concentration en éthanol équivalait à la concentration en MSV.

Les graphiques ci-dessous présentent les concentrations en éthanol, ainsi que le BMP des échantillons.

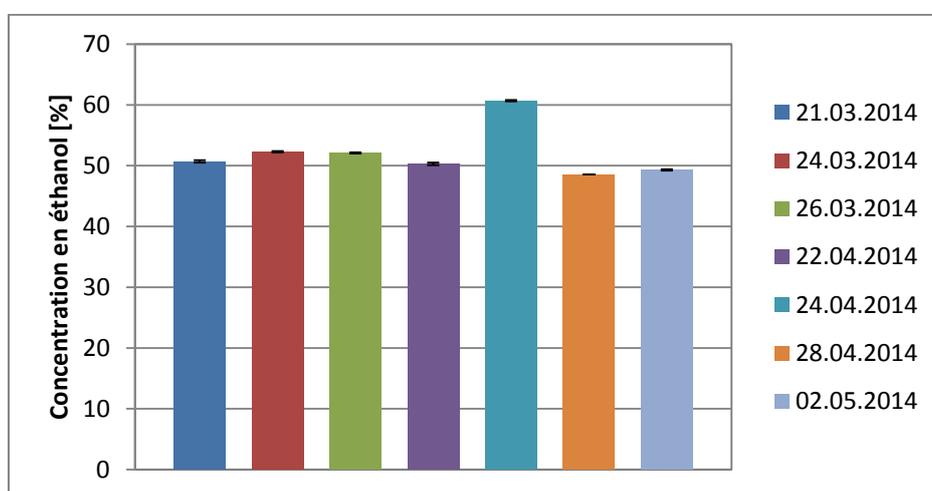


Figure 37 : Mesure de la concentration en éthanol des échantillons d'alcool industriel

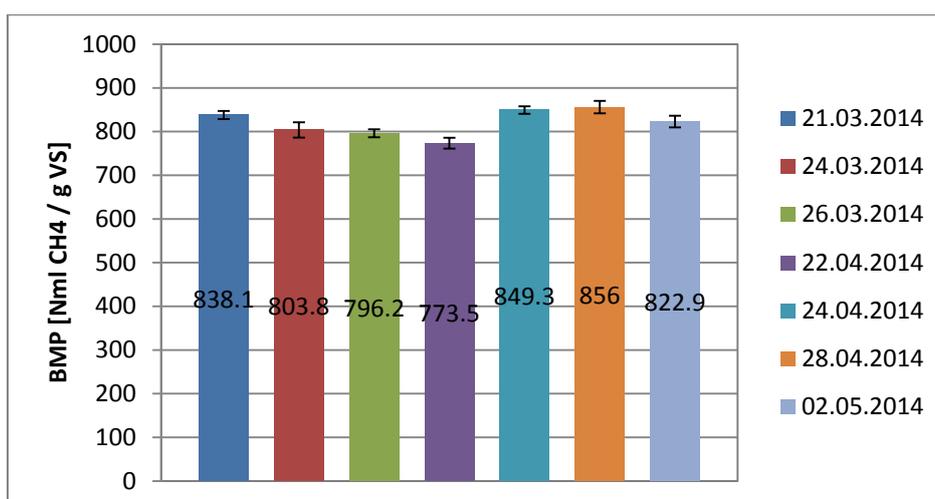


Figure 38 : BMP des échantillons d'alcool industriels

Les moyennes de la concentration en éthanol et du BMP des échantillons sont respectivement $52.00 \pm 3.78 \%$ et 820 ± 32 Nml CH₄ / g MSV.

15.4 Synthèse

Le Tableau ci-dessous est un récapitulatif des valeurs moyennes pour chacun des substrats, qui seront retenues pour la suite de l'étude.

Tableau 2 : Résultats d'analyses moyens sur les substrats de Berne

Substrat	MS (%)	MSV (%)	BMP (Nml CH ₄ /g MSV)	BMP (Nml CH ₄ /g PF)
Boues fraîches	3.67 ± 0.37	74.2 ± 1.8	407 ± 22	11.1 ± 1.1
Restes alimentaires	15.0 ± 2.3	90.7 ± 2.0	519 ± 29	70.4 ± 12.9
Jus de presse de café	3.32 ± 1.86	96.4 ± 2.5	459 ± 52	15.4 ± 10.4
Lactosérum	7.7 ± 2.4	51.4 ± 2.2	526 ± 19	20.9 ± 6.6
Boues de séparateur à graisses	4.12 ± 2.02	90.3 ± 9.5	688 ± 124	26.0 ± 14.8
Effluents industriels	1.69 ± 0.26	97.0 ± 1.0	499 ± 43	8.22 ± 1.44
Graisses d'abattoir	35.3 ± 5.0	90.7 ± 1.5	639 ± 48	205 ± 34
Alcool industriel	-	52.0 ± 3.8	820 ± 32	427 ± 38

PF = Poids Frais

Il peut être constaté que les écarts-types varient beaucoup d'un substrat à l'autre et peuvent être assez importants, comme pour les boues de séparateur de graisses ou encore les restes de l'industrie alimentaire. Ces résultats ne sont toutefois pas étonnants et représentent bien l'hétérogénéité de certains substrats et la variation de leur composition d'un échantillon à l'autre.

Afin d'avoir une vision plus globale de ces résultats, on a exprimé le pouvoir méthanogène par rapport aux poids frais des co-substrats (Figure 39). Cette valeur est plus parlante pour les industriels : en effet, sur l'installation seuls les poids frais sont enregistrés (il n'y a pas d'analyse de MS et MSV).

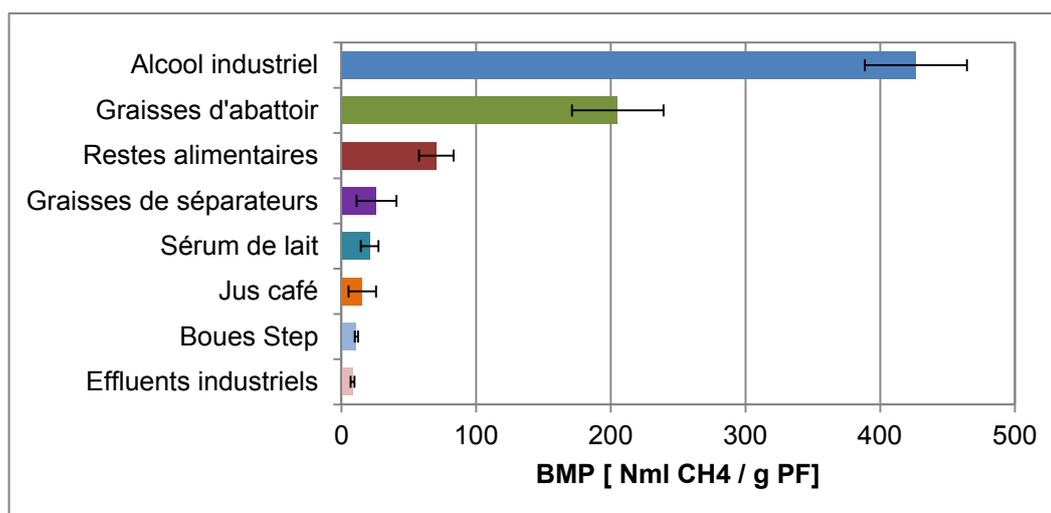


Figure 39 : BMP des co-substrats exprimés en volume de CH₄ / poids frais

16. Unité de méthanisation de Villeneuve

16.1 Présentation de l'installation

L'unité de méthanisation de Villeneuve appartient au groupe SATOM. Elle traite depuis 2007 deux types de déchets : des déchets verts provenant principalement de collectes communales auprès des particuliers et des services d'entretien des communes, et des restes alimentaires collectés auprès des restaurants, des cantines et dans une moindre mesure des supermarchés.

Les déchets verts sont d'abord broyés à 10 cm environ. Ils sont ensuite stockés dans un alimentateur automatique permettant une alimentation du digesteur 24h/24. La proportion de déchets verts introduits dans le digesteur (en poids frais) était en moyenne de 63% en 2014.

Les restes alimentaires, aussi appelés lavures, proviennent principalement de restaurants et de magasins agro-alimentaires. Les lavures sont réceptionnées dans un bac de stockage, puis passées dans un broyeur/séparateur aussi appelé déconditionneur, permettant une homogénéisation du substrat et une séparation des indésirables (contenants en plastique principalement). De l'eau est ajoutée au niveau de cette étape, dont la quantité n'est pas mesurée. Elles sont ensuite stockées dans une cuve avant d'alimenter le digesteur. Les lavures diluées représentaient 37% de la masse introduite dans le digesteur en 2014.

La digestion se déroule en conditions thermophiles (environ 55°C) dans un digesteur KOMPOGAS : procédé piston horizontal fonctionnant à forte teneur en matière sèche (25 à 30%).

À la sortie du digesteur, le digestat est pressé dans une presse à vis. La phase liquide est ensuite centrifugée. Une partie du jus résultant est réintroduit dans le digesteur afin de diluer les déchets entrants, le reste est valorisé par épandage. La matière solide, quant à elle, est transformée en compost.

Après sa sortie du digesteur, le biogaz est partiellement épuré (élimination de l'hydrogène sulfuré H₂S) avant de passer dans le groupe de cogénération afin de produire de l'électricité et de la chaleur.

Un schéma général de l'installation est en annexe VIII.

16.2 Echantillonnage

Les échantillons des substrats de Villeneuve ont été récoltés par Gabrielle Hack, qui s'est rendue sur place une semaine par mois. Huit échantillons d'environ 1kg de déchets verts et huit échantillons de 1L de lavures ont été prélevés quotidiennement. Afin d'obtenir un échantillon représentatif de chaque journée, la technique de sous-échantillonnage décrite en détail dans le rapport annuel 2012 (SI/500736-01) a été appliquée. Les 8 échantillons journaliers ont été mélangés ensemble à la fin de chaque journée et un échantillon représentatif de ce mélange a été prélevé, aussi bien pour les déchets verts que pour les lavures.

Les déchets verts étant très hétérogènes et difficilement utilisables en laboratoire à cause de leur grande taille, des broyeurs ont été utilisés pour réduire leur taille à 10 mm au maximum.

Le schéma ci-dessous illustre la méthode d'échantillonnage appliquée pour les déchets verts.

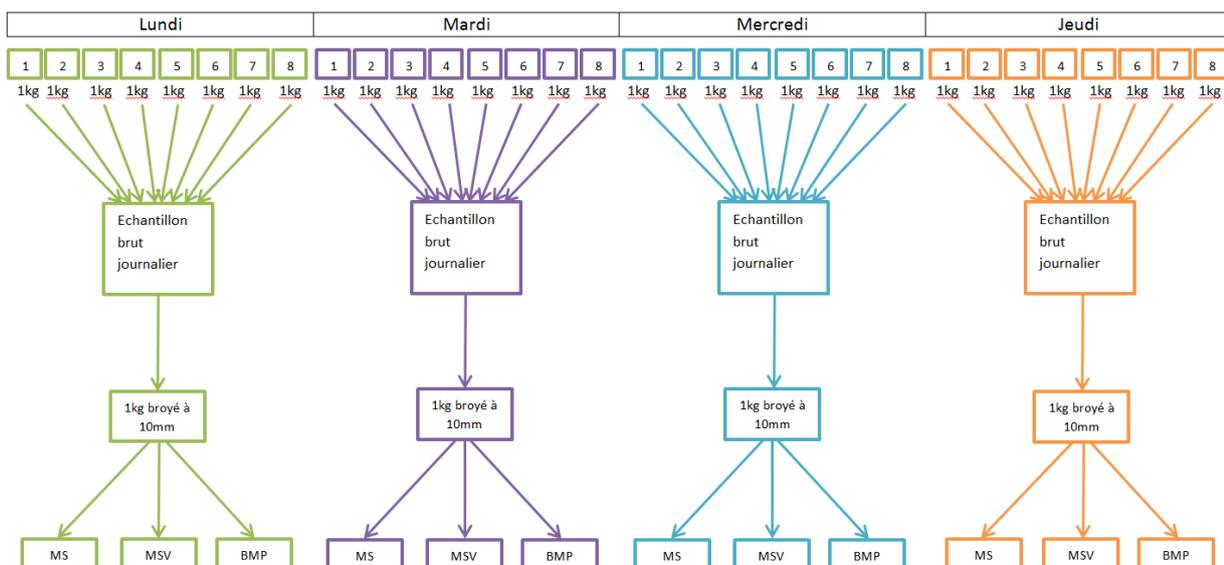


Figure 40 : Schéma d'échantillonnage des déchets verts de l'installation de Villeneuve

Tous les échantillons ont été stockés dans des récipients hermétiques et conservés au congélateur avant d'être analysés en laboratoire.

Des échantillons de digestat brut et de jus centrifugé ont également été prélevés afin de mesurer la production résiduelle du digestat et le BMP du jus centrifugé.



Figure 41 : Echantillon de déchets verts broyés à 10mm



Figure 42 : Echantillon de lavures



Figure 43 : Echantillon de jus centrifugé



Figure 44 : Echantillon de digestat

Au fil des semaines d'échantillonnage, il est devenu de plus en plus évident que les deux types de substrats étaient très hétérogènes, autant dans leurs compositions que dans leurs potentiels méthanisables. Il a donc été décidé de prolonger la période d'échantillonnage jusqu'au mois de juillet, afin que les résultats finaux soient plus représentatifs.

16.3 Résultats des analyses des substrats de Villeneuve

Comme pour les échantillons de la STEP de Berne, ceux provenant de Villeneuve ont été stockés en laboratoire, habituellement au congélateur lorsqu'il n'était pas possible de les analyser directement.

Les mesures de MS et de MSV ont tout d'abord été effectuées, puis des tests BMP ont été réalisés pour chaque échantillon.

16.3.1 Déchets verts

Comme présenté plus haut, la campagne d'échantillonnage des substrats de Villeneuve s'est déroulée du mois de mars au mois de juillet 2014. Lors de cette campagne, quatre échantillons de déchets verts ont été prélevés par mois.

Une semaine d'échantillonnage avait également eu lieu au mois de décembre 2013 (échantillons broyés à 4 mm). Il a été décidé d'intégrer les résultats obtenus pour ces échantillons à la présente étude afin de balayer une période plus longue.

Les résultats d'analyse des teneurs en MS et MSV, ainsi que les BMP mesurés pour chaque échantillon sont représentés en annexe VII.

Les Figures 45, 46 et 47 ci-après reprennent les valeurs moyennes par campagne.

Ces graphiques mettent en évidence la nette variation saisonnière des résultats. Celle-ci est due à un changement de la composition du substrat. En effet, en hiver, les déchets verts sont principalement composés de morceaux de bois mort avec une teneur en MS plus élevée et un très faible pouvoir méthanogène. Plus le printemps arrive, plus le substrat est composé de déchets plus frais, comme du gazon coupé ou des fleurs. Ces composants sont plus humides et plus facilement biodégradables.

Afin de valider l'hypothèse d'une augmentation du BMP au fil du temps, un test de corrélation a été réalisé sur ces résultats. Il a été décidé d'utiliser le test de Spearman, décrit en détail en annexe V. Le coefficient de corrélation obtenu est 0.85, ce qui confirme la présence d'une corrélation positive entre le BMP des déchets verts et le temps et donc d'une variation saisonnière de la composition du substrat.

Aussi, au contraire des co-substrats de la STEP de Berne et pour tenir compte de cette variation, aucune moyenne n'a été calculée, les valeurs mensuelles ont été conservées.

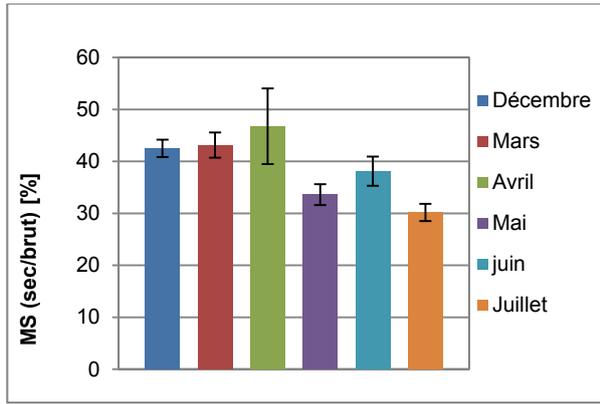


Figure 45 : Matière sèche des échantillons de déchets verts (moyenne par campagne)

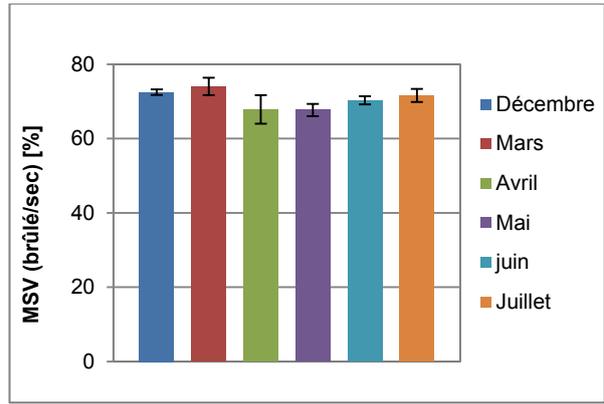


Figure 46 : Matière sèche volatile des échantillons de déchets verts (moyenne par campagne)

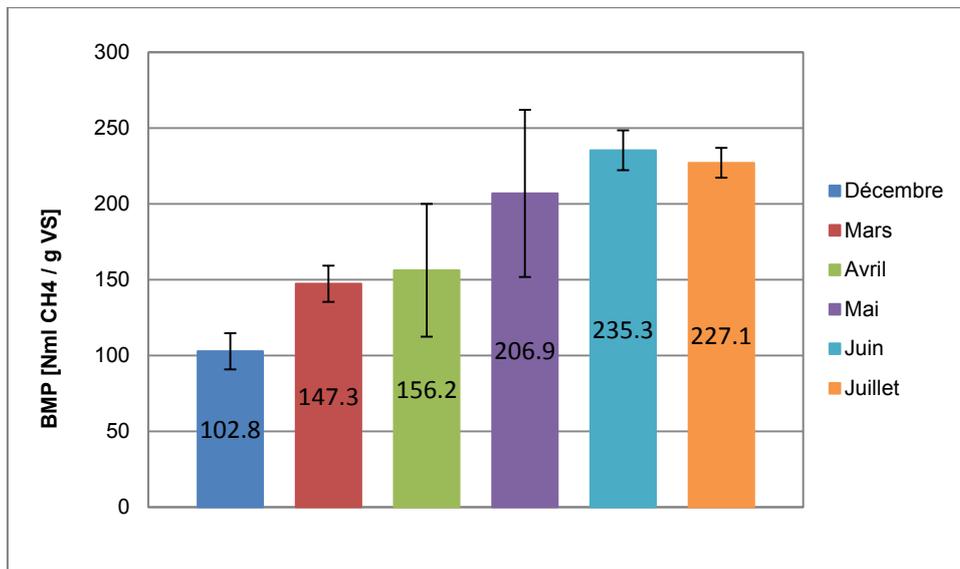


Figure 47 : BMP des échantillons de déchets verts

16.3.2 Lavures

Comme pour les déchets verts, quatre campagnes de prélèvement ont été réalisées de décembre 2013. Les résultats détaillés sont en annexe IX.

Les figures ci-après reprennent les moyennes par campagne.

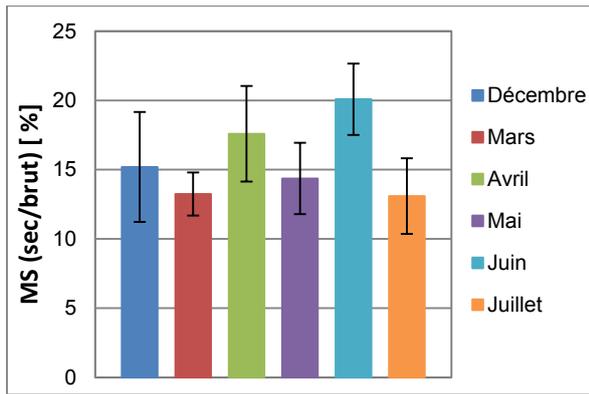


Figure 48 : Matière sèche des échantillons de lavures (moyenne par campagne)

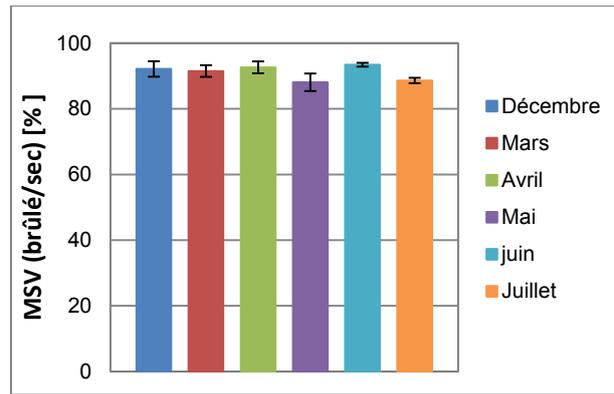


Figure 49 : Matière sèche volatile des échantillons de lavures (moyenne par campagne)

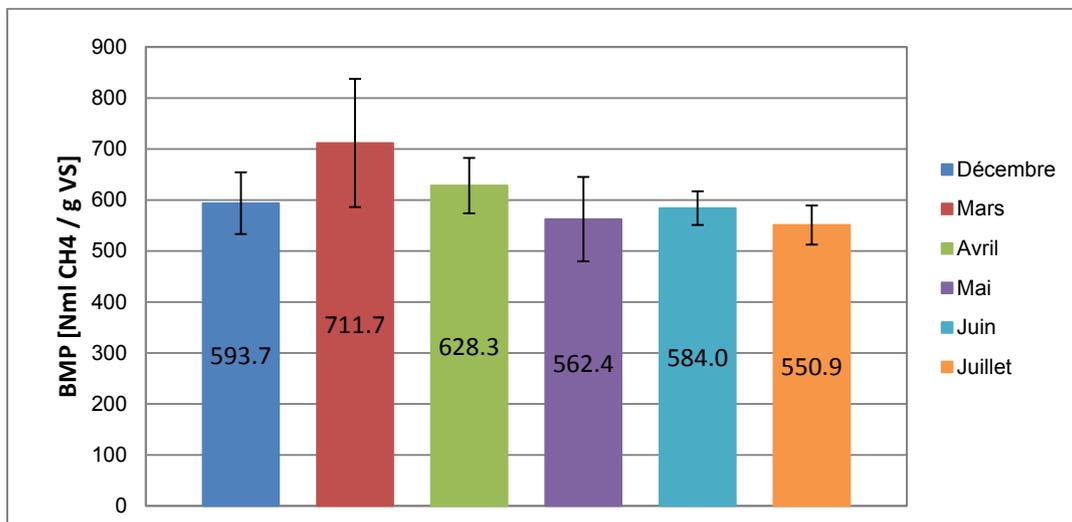


Figure 50 : BMP des échantillons de lavures

La teneur en matière sèche est très variable. Ceci est à relier avec la préparation de ces déchets. En effet les prélèvements d'échantillons sont réalisés en sortie de la cuve de stockage, c'est-à-dire après la préparation du déchet et l'ajout d'eau. Or une quantité d'eau variable et non déterminée est ajoutée aux lavures durant le processus d'homogénéisation effectué à Villeneuve.

La teneur en matière sèche n'est pas représentative des lavures telle qu'elles sont collectées : elle est par contre représentative des lavures telles qu'elles sont introduites dans le digesteur.

La figure 50 présente les moyennes mensuelles. La moyenne générale vaut 594.5 ± 34.2 .

La question d'une variation saisonnière du BMP a été soulevée, comme pour les déchets verts, mais dans le cas des lavures, il s'agit plutôt d'une variation aléatoire : en effet, le test de corrélation de Spearman a été appliqué aux résultats mais aucune corrélation significative n'a été mise en évidence.

16.3.3 Jus centrifugé

Comme déjà mentionné plus haut, une petite quantité de jus centrifugé, provenant du digestat, est recirculée afin de diluer les substrats entrant dans le digesteur. Des échantillons de jus centrifugé ont donc également été récoltés afin d'étudier le potentiel méthanisable résiduel de ce jus.

Les résultats obtenus sont présentés ci-dessous.

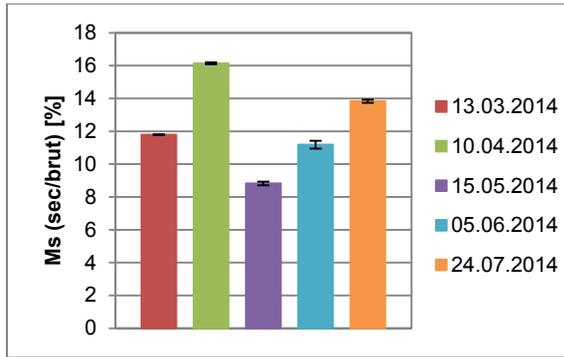


Figure 51 : Matière sèche des échantillons de jus centrifugé

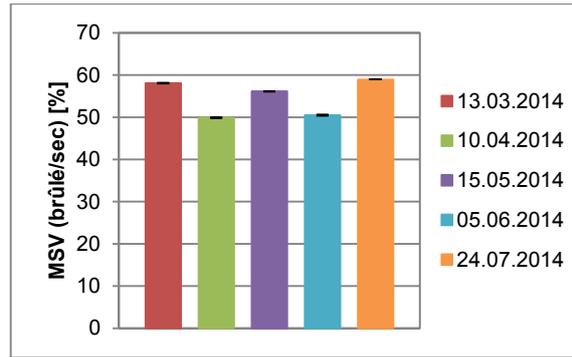


Figure 52 : Matière sèche volatile des échantillons de jus centrifugé

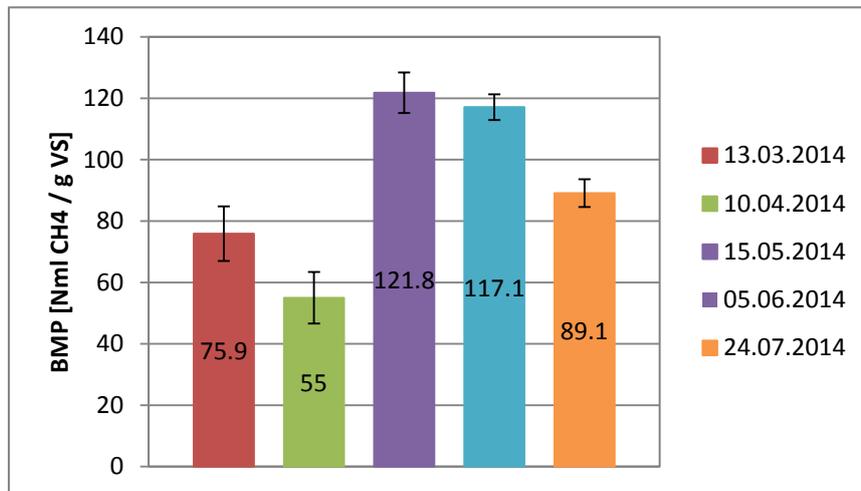


Figure 53 : BMP des échantillons de jus centrifugé

Pour la suite de l'étude, il a été décidé de garder une valeur moyenne du BMP, qui est de 91.8 ± 25.1 Nml CH₄ / g MSV.

16.4 Synthèse

Le Tableau 3 est un récapitulatif des valeurs moyennes pour chacun des substrats, qui seront retenues pour la suite de l'étude.

La qualité des déchets verts retenue pour janvier et février est celle de décembre.

Tableau 3 : Résultats d'analyse moyens sur les substrats de Villeneuve

Substrat	MS (%)	MSV (%)	BMP (Nml CH ₄ /g MSV)	BMP (Nml CH ₄ /g PF)
Déchets verts, Décembre	42.5 ± 1.7	72.5 ± 0.8	103 ± 12	31.7 ± 3.9
Déchets verts, Mars	43.1 ± 2.4	74.1 ± 2.4	147 ± 12	47.0 ± 3.6
Déchets verts, Avril	46.8 ± 7.3	67.8 ± 3.9	156 ± 44	47.3 ± 7.0
Déchets verts, Mai	33.6 ± 2.0	67.7 ± 1.7	207 ± 55	46.3 ± 10.4
Déchets verts, Juin	38.1 ± 2.8	70.3 ± 1.1	235 ± 13	62.9 ± 3.8
Déchets verts, Juillet	30.2 ± 1.7	71.6 ± 1.8	227 ± 9	49.1 ± 4.4
Lavures	15.6 ± 2.5	91.1 ± 2.0	595 ± 34	88.2 ± 15.9

Partie V : Données des installations industrielles

17. Procédure de traitement des données

Les données utilisées ici proviennent du suivi de routine des installations industrielles par les exploitants. Ceux-ci ont fourni l'ensemble des fichiers de suivi de l'installation, dont la plus grande partie provient d'un traitement direct par le système de supervision de l'usine des données enregistrées automatiquement par les capteurs.

C'est le cas par exemple de:

- La quantité de déchets (liquides et solides) introduite dans les digesteurs qui est mesurée soit par des pesons sous les bandes transporteuses (déchets solides) soit par des débitmètres (déchets liquides) ;
- La quantité de biogaz produit, qui est obtenue par intégration d'un capteur de débit.

Il faut remarquer ici que ces instruments ne donnent pas toujours des mesures précises, car les étalonnages sur de tels produits sont difficiles et les conditions d'utilisation dérèglent rapidement les capteurs.

En particulier, il est connu que les débitmètres à biogaz donnent des valeurs très peu fiables du fait que la composition du biogaz soit variable et qu'il soit saturé en eau. L'homme de l'art se fie d'ailleurs peu à ces mesures en valeur absolue : elles sont par contre très utiles pour visualiser des variations de production.

D'autre part, il est apparu intéressant de considérer dans cette étude, non pas une comparaison des productivités moyennes sur la période de suivi, mais une comparaison de l'évolution des productivités, c'est-à-dire une comparaison dynamique.

En effet une telle comparaison permet de visualiser un impact éventuel des conditions de fonctionnement des digesteurs- qui sont variables- sur la production de méthane.

Pour ce faire, la charge en déchets et la production de méthane sur un pas hebdomadaire ont été considérées. En effet :

- le pas journalier est trop court et est parasité par les variations aléatoires qui sont toujours observées, cela empêche alors de dégager une tendance ;
- le pas mensuel (généralement considéré sur les suivis d'exploitation) est trop long et lisse trop les variations ce qui ne permet pas de voir les impacts des variations de fonctionnement ;
- la semaine constitue généralement le pas naturel des variations au niveau des collectes de déchets.

Les données industrielles sont exprimées au pas journalier et au pas mensuel. On a donc utilisé les données journalières pour recalculer des résultats moyennés sur une semaine (du lundi au lundi).

On considère les quantités de chaque type de déchet. Les quantités correspondent à celles mesurées par les capteurs.

Dans le cadre de ce projet la production de biogaz est bien sûr une donnée essentielle. Aussi il a été décidé de se baser sur les valeurs les plus indiscutables qui sont les quantités d'énergie – électricité ou biométhane- injectées dans les réseaux d'électricité ou de gaz.

Cette production d'énergie finale n'est pas une donnée qui est mesurée au quotidien mais au pas mensuel. Or pour la comparaison dynamique, une production de méthane au pas hebdomadaire est nécessaire.

La démarche est la suivante :

1. La quantité d'énergie cumulée sortant du dispositif de valorisation (électricité ou biogaz) sur une période donnée est relevée : les 6 mois correspondant au suivi
La quantité de méthane correspondante est recalculée en appliquant un rendement de conversion moyen qui est de :
 - 40% de rendement électrique pour la co-génération (SATOM)
 - 99 % de récupération dans le système d'épuration aux amines (ARA Bern)Soit V1 la quantité de méthane effectivement valorisée ainsi calculée
2. La quantité de méthane brûlé en torchère, qui est faible mais pas négligeable, est calculée sur la base du temps de fonctionnement et du débit nominal.
Soit V2 la quantité de méthane produite mais non valorisée

V1+V2 sont additionnées pour obtenir la quantité de méthane réellement produite par le(s) digesteur(s)

3. Sur la même période, le volume de biogaz cumulé mesuré par le débitmètre et figurant sur les relevés quotidiens d'exploitation est relevé. Soit V3 la quantité de biogaz ainsi obtenue.
4. Un coefficient de correction $C = V3/(V1+V2)$ peut être calculé. Celui-ci corrèle le biogaz mesuré par le débitmètre avec le méthane effectivement produit.
Ce coefficient C est alors appliqué au pas quotidien pour recalculer la production de méthane effective à partir de la mesure de biogaz brut.

Cette démarche a permis d'obtenir à la fois une quantité de méthane produite par les digesteurs fiable, ainsi que les variations de production sur un pas hebdomadaire.

18. Paramètres de fonctionnement des digesteurs

Afin de s'assurer du bon fonctionnement des digesteurs pendant la période de l'étude, les paramètres principaux de fonctionnement ont également été calculés, sur la base des données d'exploitation et des résultats d'analyse en laboratoire.

Le premier paramètre est le temps de séjour (TS) qui est défini comme :

$$TS [\text{jours}] = V_{\text{ut DG}} / \text{débit d'introduction}$$

Où : $V_{\text{ut DG}}$ est le volume de matières en fermentation dans le digesteur [m^3]
débit d'introduction est la quantité totale de matières introduites [m^3/j]

Le deuxième paramètre est la charge organique volumique (COV) qui est définie comme :

$$\text{COV} [\text{kg MSV}/\text{m}^3 \cdot \text{j}] = \sum Q_i * \text{MS}_i * \text{MV}_i / V_{\text{ut DG}}$$

Où : Q est la masse de substrat i introduite dans les digesteurs [tonne]
MS est la teneur en matière sèche du substrat i, mesurée au laboratoire [%],
MV est la teneur en matière volatile/sec du substrat i mesurée au laboratoire [%].

Pour compléter l'appréciation sur le fonctionnement des digesteurs des analyses d'acides gras volatiles (AGV) et d'ammonium ont été réalisées périodiquement sur les digestats des 2 installations. Les résultats sont en annexe IV.

19. Résultats

19.1 Step de Berne

L'alimentation des digesteurs en boues et en co-substrats est représentée sur la Figure 54. L'alimentation est globalement stable, comme on peut l'attendre d'un digesteur de boues de STEP. Les co-substrats représentent, en tonnage brut, 11% de l'alimentation totale des digesteurs.

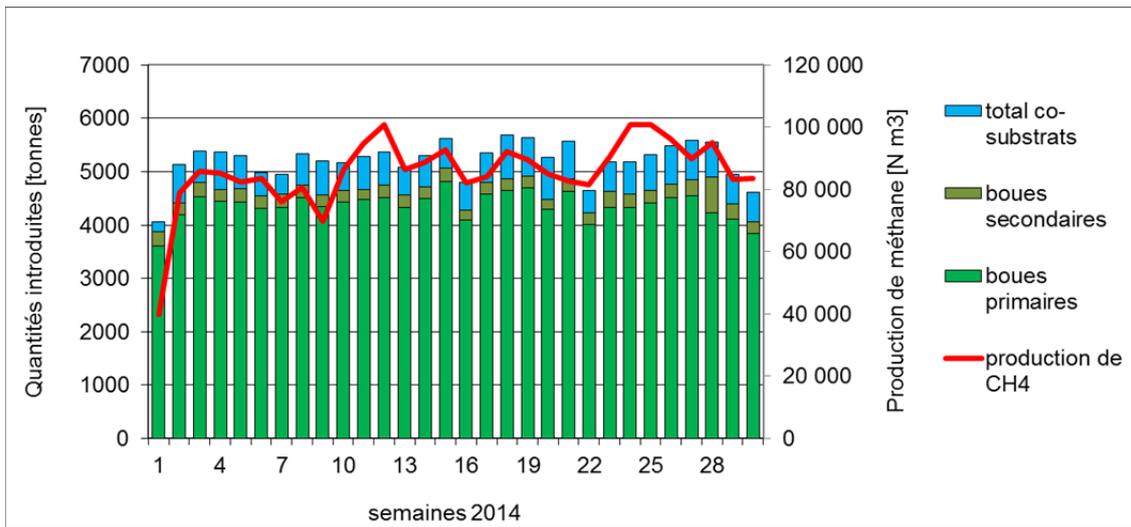


Figure 54 : Alimentation des digesteurs et production de méthane

Le détail des co-substrats introduits sur cette période, exprimé en tonnes (ou en m³) de matière brute, est présenté sur la Figure 55. Le co-substrat principal est représenté par les déchets alimentaires, suivi par les jus de café. Une variation importante des quantités respectives de co-substrats introduits dans les digesteurs peut être observée, qui est due au rythme des livraisons sur le site.

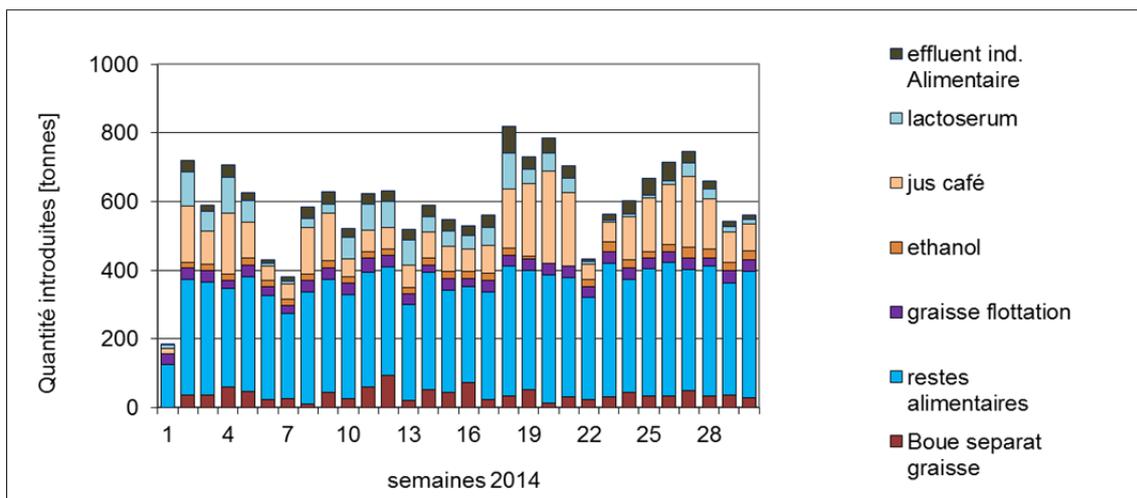


Figure 55 : Détail de l'alimentation en co-substrats

Les paramètres de fonctionnement sont représentés sur la figure 56. Le temps de séjour est compris entre 18 et 20 jours, ce qui est plutôt court pour une digestion de STEP, mais tout à fait à l'intérieur

des fourchettes admissibles. Malgré la présence des co-substrats, le niveau de charge organique reste assez faible à 2 kg MSV/m³.j.

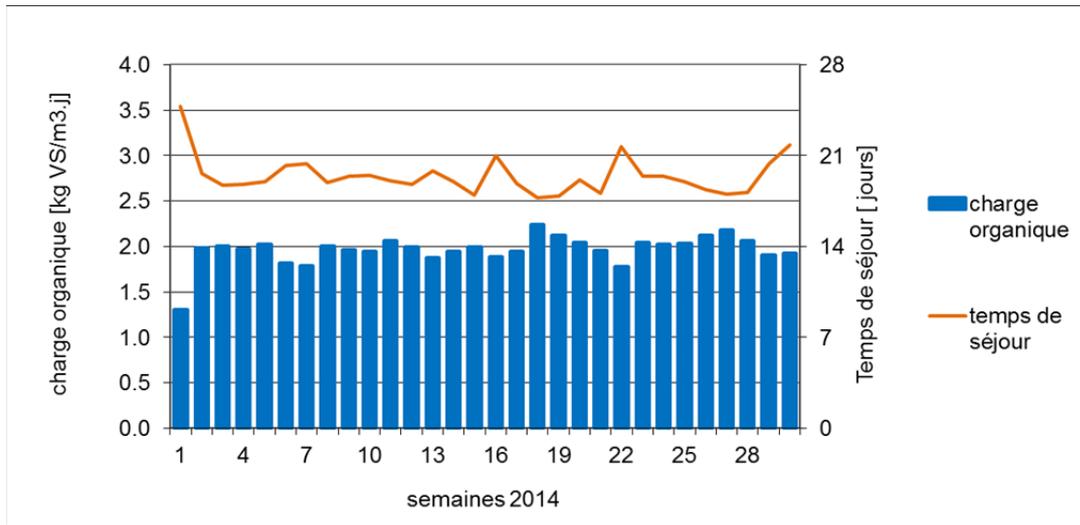


Figure 56 : Charge organique et temps de séjour global dans les digesteurs de Berne

Les paramètres de fonctionnement appliqués aux digesteurs sont dans la fourchette habituelle pour ce type de digesteur : liquide infiniment mélangé mésophile.

Le suivi analytique, reporté en annexe IV, confirme le fonctionnement parfaitement stabilisé de la digestion, avec une concentration en AGV maximale de 120 mg/l.

19.2 SATOM Villeneuve

Les déchets introduits dans le digesteur sur la période, ainsi que la production de méthane réelle observée sont représentée dans la Figure 57. Une variation importante peut être remarquée, comme attendu, dans les quantités de déchets verts : de 200 t/j en hiver à 400 t/j au printemps.

Ainsi durant la période hivernale les déchets verts sont en quantités deux fois moins importantes et leur BMP est deux fois inférieur (Cf § 16.3.1) par rapport à la période de printemps.

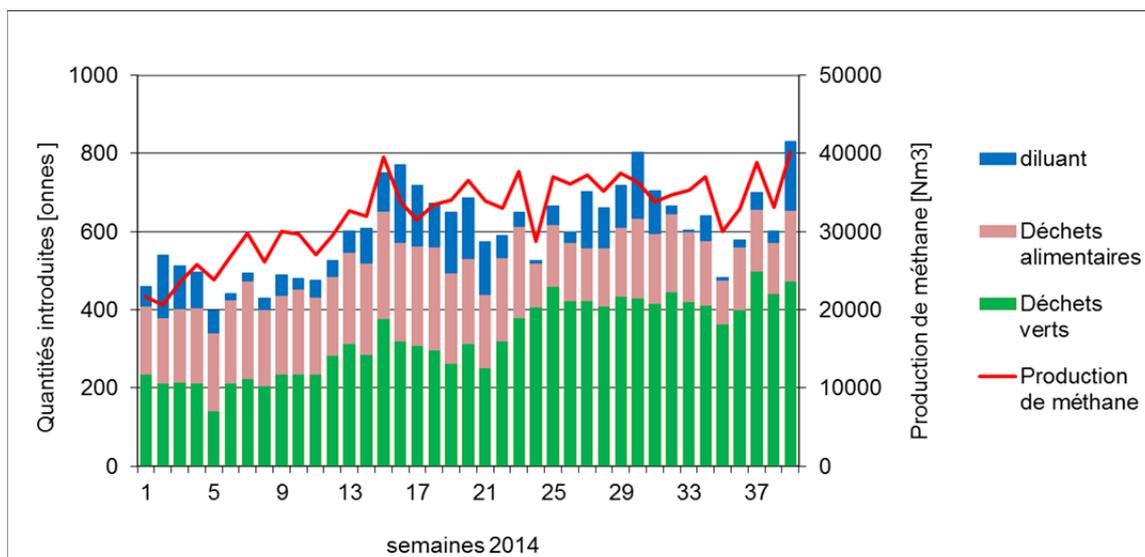


Figure 57 : Alimentation du digesteur et production de méthane

La figure 58 montre la charge organique calculée et le temps de séjour.

Le digesteur est très chargé : la charge organique est comprise entre 15 et 20 kg MSV/m³.j et le temps de séjour est inférieur à 15 jours durant deux périodes : des semaines 14 à 21 et 25 à 33, soit des valeurs plus élevées que les valeurs limites recommandées par le constructeur.

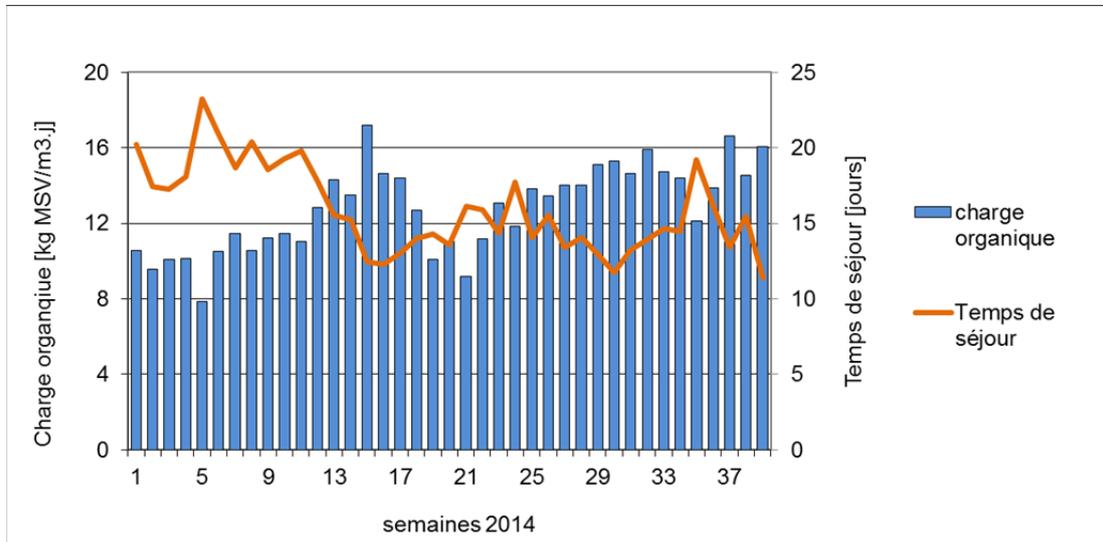


Figure 58 : Charge organique et temps de séjour appliqués au digesteur

Les résultats d'analyses de digestat (annexe IV) montrent cependant qu'il n'y a pas d'accumulation d'AGV, les valeurs mesurées étant dans la fourchette normale pour ce type de digesteur.

Les paramètres de fonctionnement pour ce digesteur montrent qu'il se situe assez près des limites admissibles.

Partie VI : Comparaison des résultats de laboratoire et industriels

20. Traitement des données

Une production de méthane dite « calculée » peut être déterminée à partir :

- des quantités de substrats réellement introduites dans les digesteurs, semaine par semaine ;
- des résultats d'analyse et des tests BMP réalisés sur les échantillons de chaque substrat en laboratoire.

Les valeurs de MS, MSV et BMP considérées sont :

- les valeurs moyennes de tous les échantillons, (constantes sur la période) pour l'ensemble des substrats pour lesquels aucune variation saisonnière n'a été mise en évidence ;
- les valeurs mensuelles, variables sur la période, pour les déchets verts vu la variation saisonnière mise en évidence.

La somme des productions individuelles de chaque substrat est effectuée pour avoir la production totale, puisque le principe d'additivité a été admis préalablement.

La production « calculée » P est la production de méthane calculée comme suit :

$$P \text{ en Nm}^3 = \sum Qi * MSi * MSVi * BMPi$$

Où : Q est la masse de substrat i introduite dans les digesteurs [tonne]

MS est la teneur en matière sèche du substrat i, mesurée au laboratoire [%]

MV est la teneur en matière volatile/sec du substrat i mesurée au laboratoire [%]

BMP est le potentiel de méthane du substrat i mesuré au laboratoire [$\text{Nm}^3 \text{CH}_4/ \text{t MSV}$].

21. Résultats

21.1 STEP de Berne

21.1.1 Production de méthane

La répartition de la production de méthane, calculée d'après les analyses en laboratoire, est représentée pour les différents substrats alimentés dans le digesteur sur la Figure 59.

Près de la moitié du méthane (44%) est produit par les co-substrats, alors qu'ils ne représentent que 11% du tonnage brut introduit. Les déchets alimentaires produisent 25% du méthane, les graisses d'abattoir et l'éthanol respectivement 8% et 7%.

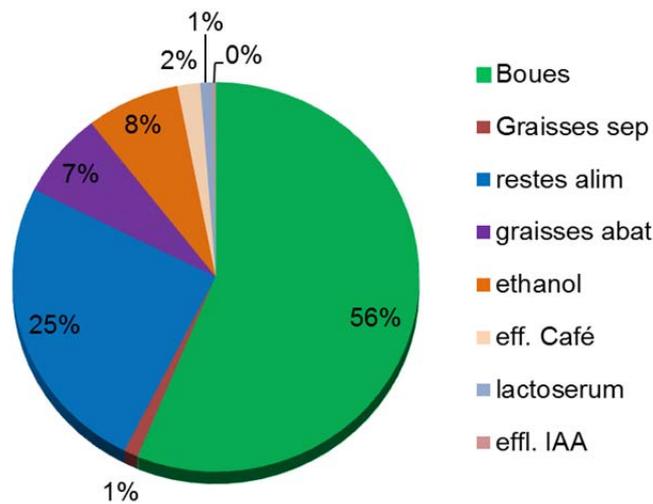


Figure 59 : Répartition de la production de méthane

Les productions de méthane calculées et réellement observées sont représentées en dynamique au pas hebdomadaire sur la Figure 60.

La production de méthane réelle mesurée suit fidèlement la production calculée, sauf au niveau de la semaine 9 où on observe un décrochement. L'examen des paramètres de fonctionnement à cette période montre que ceux-ci sont tout à fait dans les fourchettes normales et ne sont donc pas à l'origine du décrochement observé (Voir Figure 56). Il est possible qu'au cours de cette semaine 9 la mesure de méthane sur le site (qui on le rappelle est basée sur la quantité de bio-méthane injectée dans le réseau) ne soit pas représentative, par exemple suite à un dysfonctionnement du module d'épuration.

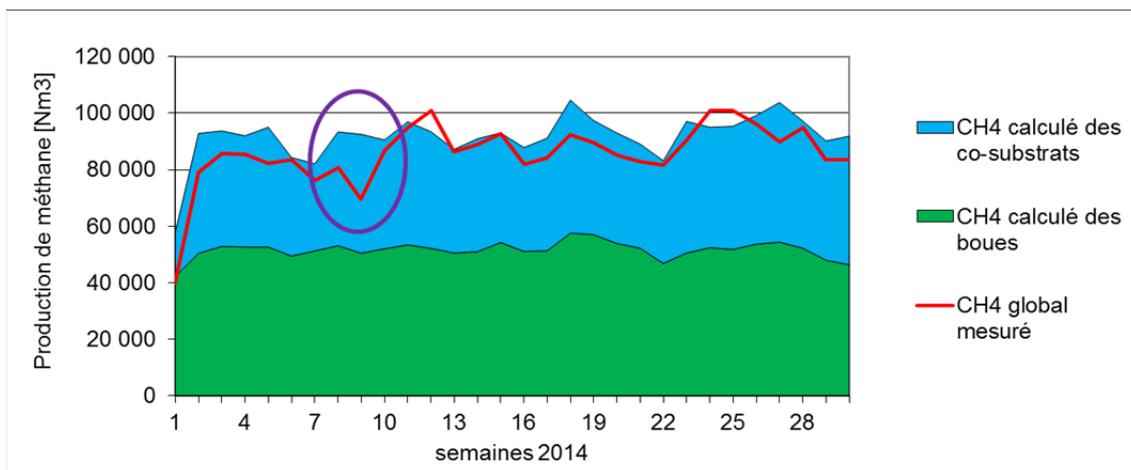


Figure 60: Production de méthane calculée et observée, en Nm³ de méthane / semaine

21.1.2 Coefficient d'extrapolation

Les écarts entre production calculée et réelle sont représentés, sur la même échelle de temps, sur la Figure 61, comme :

$$\text{Delta en \%} = (P \text{ calc} - P \text{ réelle}) / P \text{ calc} .$$

Les semaines 1 et 31 n'ont pas été prises en compte car uniquement des valeurs partielles étaient disponibles.

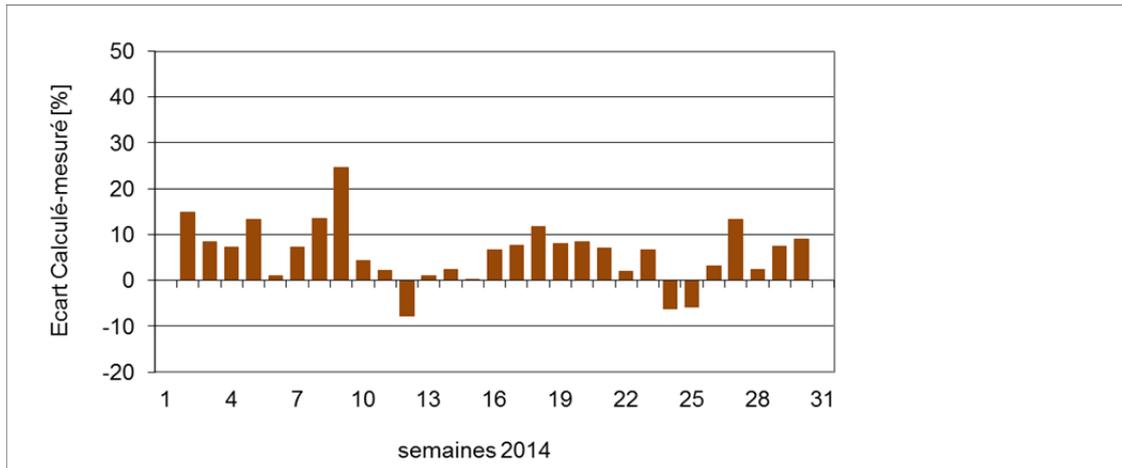


Figure 61 : Ecart entre production calculée et observée, en %

La différence moyenne sur la période est de 6.6 % et l'écart type autour de la moyenne est de 6 %. Seule la semaine 9 présente un écart supérieur à 20%. Toutefois, ce point n'a pas pu être relié à un événement particulier.

Le coefficient d'extrapolation peut donc être estimé à 93%.

En d'autres termes, la production de méthane de cette installation industrielle peut être estimée à partir des résultats d'analyses en laboratoire et de BMP sur chacun des substrats individuellement, en appliquant un coefficient de 0.93

21.2 SATOM de Villeneuve

21.2.1 Production de méthane

La répartition de la production de méthane, calculée d'après les analyses en laboratoire, est représentée pour les différents substrats alimentés dans le digesteur, sur la

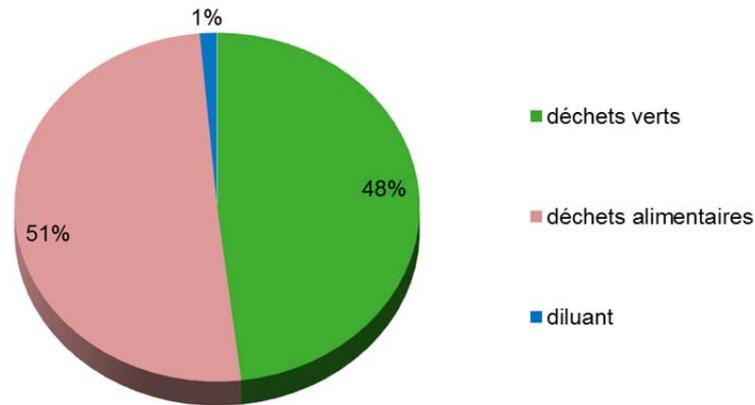


Figure 62: Répartition de la production de méthane

La moitié du méthane (51%) est produit par les co-substrats, alors qu'ils représentent que 37% du tonnage brut introduit. Les jus de centrifugeuse participent pour 1% à la production de méthane.

La comparaison entre la production de méthane observée sur le site et la production calculée à partir des analyses en laboratoire est représentée sur la Figure 63.

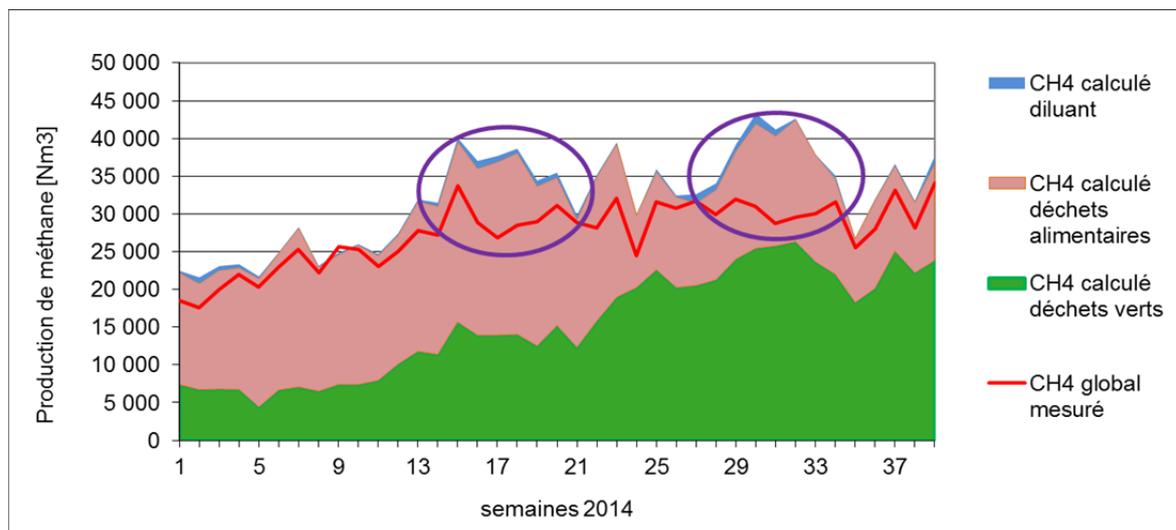


Figure 63 : Production de méthane calculée et observée, en Nm³ de méthane / semaine

Globalement, la production réelle suit régulièrement et de façon dynamique la production calculée, à l'exception de deux périodes où un décrochement entre les deux courbes est observé.

Les causes de ces décrochements peuvent être recherchées au niveau des paramètres de fonctionnement du digesteur en superposant les courbes. Les décrochements correspondent aux deux périodes où la charge était particulièrement élevée et le temps de séjour particulièrement court.

Aucune accumulation prononcée d'Acides Gras Volatiles à ces périodes n'a été mise en évidence, suggérant qu'il n'y a pas de phénomène d'acidification. Toutefois la concentration en AGV résiduels (dans le digestat) est légèrement supérieure à 1'000 mg/l en semaine 30.

La figure 63 met en évidence qu'au cours de la première période, et plus encore sur la deuxième période de décrochement : la production de méthane calculée est particulièrement élevée, correspondant à une charge biodégradable importante. L'hypothèse la plus vraisemblable est que l'on atteint ici les limites du système biologique :

- l'écosystème méthanogène est saturé, la production de méthane reste à une valeur constante malgré l'augmentation de la charge ;
- il n'y a pas encore de déséquilibre accompagné d'une accumulation d'acides gras volatils.

Il peut être confirmé, grâce à cette comparaison dynamique, que le digesteur doit fonctionner sans aucune limitation pour pouvoir utiliser des résultats de test BMP pour l'estimation d'une production de biogaz dans un digesteur en continu.

21.2.2 Coefficient d'extrapolation

Les écarts entre production théorique et réelle sont représentés, sur la même échelle de temps, sur la Figure 64, comme :

$$\text{Delta [\%]} = (P \text{ calc} - P \text{ réelle}) / P \text{ calc} .$$

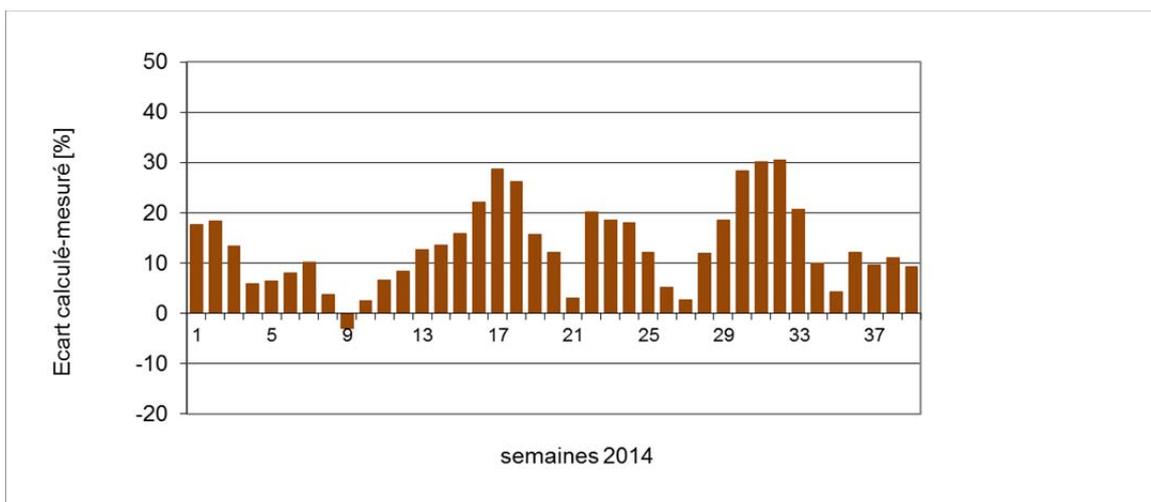


Figure 64 : Ecart entre production calculée et observée, en %

Globalement sur la période de 7 mois, l'écart moyen entre production réelle et calculée est de 15%. Cependant, compte tenu de ce qui précède, il ne paraît pas cohérent de considérer une moyenne sur l'ensemble de la période, alors que l'existence d'une limitation durant deux épisodes a été mise en évidence.

Si ces deux types de fonctionnement sont considérés séparément, alors :

- fonctionnement sans limitation : l'écart moyen est de 11 % ;
- fonctionnement avec limitation (semaines 15 à 18 et 29 à 33) : l'écart moyen est de 24%.

En d'autres termes :

- Si le digesteur continu fonctionne sans limitation ni inhibition alors la production de méthane de l'installation peut être extrapolée à partir de tests BMP des substrats individuels avec un coefficient d'extrapolation de 0.9 ;

- S'il y a une limitation quelle qu'elle soit, par exemple ici des paramètres de fonctionnement non adaptés, mais cela pourrait tout aussi bien être une limitation en nutriments ou une inhibition : alors les résultats d'un test BMP, qui par définition est réalisé en conditions non limitantes et non inhibitrices, ne peut être utilisé pour prédire la production de biogaz d'un digesteur continu.

Partie VII : Conclusions

Ce projet a permis dans un premier temps de confirmer certains points essentiels sur la détermination des potentiels de production de méthane (BMP). Le broyage des déchets verts à une granulométrie de quelques millimètres n'a pas d'impact significatif sur les résultats. La congélation n'a pas d'impact significatif sur les résultats pour tous les substrats.

Le résultat pour un mélange de substrats est égal à la somme des résultats individuels de chacun des substrats, et ce pour des substrats aussi divers que des déchets ligneux, des déchets alimentaires, des graisses, des boues de station d'épuration, des alcools, du lactosérum.

Ce dernier résultat, très controversé dans la littérature, est essentiel pour l'utilisation des résultats des tests BMP pour la détermination de production de méthane au niveau industriel : en effet il ne serait pas concevable de tester chaque mélange dans chacune des proportions observées sur une installation industrielle.

Ce résultat est cohérent avec le fait que la procédure utilisée pour les tests BMP ait été définie pour garantir qu'aucune limitation ni inhibition ne se produisent : il a été fait en sorte qu'il n'y ait pas de phénomène d'inhibition ou de synergie.

La production de méthane réellement observée sur deux installations industrielles dans une période de six à sept mois et celles calculées à partir des mesures en laboratoire ont été comparées en « dynamique » au pas hebdomadaire. Il ressort que la production réelle est très proche de la production maximale calculée. Des facteurs d'extrapolation quasi-identiques pour les deux installations ont pu être déterminés: 0.94 pour la co-digestion en STEP (Berne) et 0.89 pour la co-digestion de déchets verts et biodéchets (Villeneuve).

La comparaison dynamique a également permis de mettre en évidence un phénomène de limitation sur l'installation de Villeneuve. Cette limitation n'est pas due au type de procédé mais à une charge du digesteur vraisemblablement trop élevée durant quelques semaines. Bien que n'ayant pas donné lieu à un déséquilibre biologique, ces périodes traduisent une saturation du système biologique, avec un rendement en méthane inférieur à l'attendu de 25%.

Cette étude permet donc de conclure qu'il est cohérent d'estimer une production de méthane sur une installation industrielle à partir de mesures de BMP en laboratoire sur des échantillons de chaque substrat traité, à deux conditions :

- Les résultats des analyses doivent être représentatifs du gisement global, ce qui implique un grand nombre d'échantillons (en particulier sur les substrats majoritaires et très hétérogènes) et la considération de possibles variations saisonnières
- La digestion doit fonctionner sans aucune limitation ni inhibition, notamment à un niveau de charge en dessous du seuil de saturation

Dans ces conditions, un **facteur d'extrapolation de 0.9** pour les 2 installations industrielles étudiées a été calculé.

Si les tests BMP permettent de prédire une production de méthane dans des conditions idéales, ils ne permettent pas de prédire les paramètres de fonctionnement à appliquer pour la digestion d'un mélange, ni les mélanges optimaux à réaliser. Ces données, indispensables pour le dimensionnement d'un digesteur, doivent être obtenues à partir de modèles de simulation ou d'une expérimentation en continu.

Bibliographie

1. Angelidaki, I., et al. (2009). "Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops: a proposed protocol for batch assays." *Water Science and Technology* 59(5): 927-934.
2. Astals S., et al. (2014). "Identification of synergistic impacts during anaerobic co-digestion of organic wastes." *Bioresource Technology* 169: 421-427
3. Bachmann N., et al. (2011). "Optimisation des tests standardisés de digestibilité dans des réacteurs batch." OFEN n° 154365/103311
4. Azbar, N., et al. (2008). "Enhancement of biogas production from olive mill effluent (OME) by co-digestion." *Biomass & Bioenergy* 32(12): 1195-1201.
5. Banks C. J., et al. (2013). "Review of the application of the Residual Biogas Potential test." OMK002-014. Waste and Resources Action Programme (WRAP)
6. Bruni, E., et al. (2010). "Anaerobic digestion of maize focusing on variety, harvest time and pretreatment." *Applied Energy* 87(7): 2212-2217.
7. Camacho, P., et al. (2011). "Optimisation de la digestion anaérobie par co-digestion de boues d'aération prolongée et de déchets organiques issus des industries agroalimentaires : une étude de cas." *Journée industrielle méthanisation* : 90-97.
8. De la Rubia, M. A., et al. (2011). "Influence of particle size and chemical composition on the performance and kinetics of anaerobic digestion process of sunflower oil cake in batch." *Biochemical Engineering Journal* 58-59: 162-167
9. Diaz, J. P., et al. (2011). "Co-digestion of different waste mixtures from agro-industrial activities: Kinetic evaluation and synergetic effects." *Bioresource Technology* 102(23): 10834-10840.
10. Elbeshbishy, E., et al. (2012). "Biochemical methane potential (BMP) of food waste and primary sludge: Influence of inoculum pre-incubation and inoculum source." *Bioresource Technology* 110: 18-25.
11. El-Mashad, H. M. and R. H. Zhang (2010). "Biogas production from co-digestion of dairy manure and food waste." *Bioresource Technology* 101(11): 4021-4028.
12. Eskicioglu C., et al. (2011). "Effect on inoculum/substrate ratio on mesophilic anaerobic digestion og bioethanol plant whole stillage in batch mode." *Process Biochemistry* 46: 1682-1687
13. Girault R., et al. "Impact of interactions between substrates on the methane production of codigestion systems : an experimental approach." IWA
14. Gu Y., et al. (2014). "Effect of inoculum sources on the anaerobic digestion of rice straw." *Bioresource Technology* 158: 149-155.
15. Herrmann, C., et al. (2012). "Particle Size Reduction during Harvesting of Crop Feedstock for Biogas Production I: Effects on Ensiling Process and Methane Yields." *Bioenergy Research* 5(4): 926-936.
16. Hu, Z. H., et al. (2005). "Influence of particle size and pH on anaerobic degradation of cellulose by ruminal microbes." *International Biodeterioration & Biodegradation* 55(3): 233-238.
17. Huyard A., et al. "Anaerobic co-digestion of wastewater sludges and food waste pulp from a "unpacking" process: Enhancement of biogas production and co-metabolism." IWA
18. Izumi, K., et al. (2010). "Effects of particle size on anaerobic digestion of food waste." *International Biodeterioration & Biodegradation* 64(7): 601-608.
19. Labatut, R. A., et al. (2011). "Biochemical methane potential and biodegradability of complex organic substrates." *Bioresource Technology* 102(3): 2255-2264.
20. Li Y., et al. (2014). "Influence of inoculum to substrate ratios (ISRs) on the performance of anaerobic digestion of algal residues." *Annals of Microbiology* 64: 955-960.
21. Lindmark, J., et al. (2012). "Effects of mechanical pre-treatment on the biogas yield from ley crop silage." *Applied Energy* 97: 498-502.

22. Luostarinen S., et al. (2009). "Increased biogas production at wastewater treatment plants through co-digestion of sewage sludge with grease trap sludge from a meat processing plant." *Bioresource Technology* 100: 79-85.
23. Marias-Corral M. et al. (2008). "Anaerobic digestion of municipal solid waste and agricultural waste and the effect of co-digestion with dairy cow manure." *Bioresource Technology* 99: 8288-8293
24. Mata-Alvarez J. et al. (2014). "A critical review on anaerobic co-digestion achievements between 2010 and 2013." *Renewable and Sustainable Energy Review* 36: 412-427.
25. Misi, S. N. and C. F. Forster (2001). "Batch co-digestion of multi-component agro-wastes." *Bioresource Technology* 80(1): 19-28.
26. Montusiewicz, A., et al. (2010). "Freezing/thawing effects on anaerobic digestion of mixed sewage sludge." *Bioresource Technology* 101(10): 3466-3473.
27. Moorhead, K. K. and R. A. Nordstedt (1993). "Batch anaerobic digestion of water hyacinth – Effects of particle-size, plant nitrogen-content and inoculum volume" *Bioresource Technology* 44(1): 71-76.
28. Mshandete A. et al.(2004). "Anaerobic batch co-digestion of sisal pulp and fish wastes." *Bioresource Technology* 95: 19-24.
29. Nasir, I. M., et al. (2012). "Production of biogas from solid organic wastes through anaerobic digestion: a review." *Applied Microbiology and Biotechnology* 95(2): 321-329.
30. Pagés-Díaz J., et al. (2011). "Codigestion of different waste mixtures from agro-industrial activities: Kinetic evaluation and synergetic effects." *Bioresource Technology* 102(23): 10834-10840
31. Parawira, W., et al. (2004). "Anaerobic batch digestion of solid potato waste alone and in combination with sugar beet leaves." *Renewable Energy* 29(11): 1811-1823.
32. Pommier, S., et al. (2010). "Analysis of the outcome of shredding pretreatment on the anaerobic biodegradability of paper and cardboard materials." *Bioresource Technology* 101(2): 463-468.
33. Raposo, F., et al. (2006). "Influence of inoculum to substrate ratio on the biochemical methane potential of maize in batch tests." *Process Biochemistry* 41(6): 1444-1450.
34. Raposo, F., et al. (2009). "Influence of inoculum-substrate ratio on the anaerobic digestion of sunflower oil cake in batch mode: Process stability and kinetic evaluation." *Chemical Engineering Journal* 149(1-3): 70-77.
35. Raposo, F., et al. (2008). "Assessment of process control parameters in the biochemical methane potential of sunflower oil cake." *Biomass & Bioenergy* 32(12): 1235-1244.
36. Raposo, F., et al. (2012). "Anaerobic digestion of solid organic substrates in batch mode: An overview relating to methane yields and experimental procedures." *Renewable & Sustainable Energy Reviews* 16(1): 861-877.
37. Sharma, S. K., et al. (1988). "Effect of particle-size on biogas generation from biomass residues." *Biomass* 17(4): 251-263.
38. Silva, G. G. D., et al. (2012). "Effects of grinding processes on enzymatic degradation of wheat straw." *Bioresource Technology* 103(1): 192-200.
39. Sosnowski P. et al. (2003). "Anaerobic co-digestion of sewage sludge and organic fraction of municipal solid wastes." *Advances in Environmental Research* 7: 609-616.
40. Stabnikova O. et al. (2007). "Digestion of frozen/thawed food waste in hybrid anaerobic solid-liquid system." *Waste Management* 28: 1654-1659.
41. Verein Deutscher Ingenieure, VDI 4630 (2014). "Vergärung organischer Stoffe Substratcharakterisierung, Probenahme, Stoffdatenerhebung, Gärversuche."
42. Walker M. et al. (2010). "Residual biogas potential test for digestates." OFW004-005. *Waste and Resources Action Programme*, pp. 53.

Annexes

Annexe I : Méthodes de caractérisation

1. Matière sèche (MS)

Matériel :

- Creusets de porcelaine (150ml) préalablement séchés à 105°C et conservés dans un dessiccateur
- Etuve à 105°C
- Dessiccateur garni de gel de silice
- Balance de précision, lecture au mg

Mode opératoire :

- Peser un creuset vide (A)
- Introduire un échantillon fraîchement prélevé et le peser (B)
- Placer le creuset dans l'étuve à 105°C pendant au moins 20h
- Placer le creuset dans le dessiccateur et laisser refroidir au minimum 1 heure
- Peser le creuset (C)
- Remettre le creuset dans le dessiccateur ou directement à calciner au four si l'on souhaite également mesurer la matière sèche volatile (voir la procédure suivante)

Expression des résultats :

- | | | |
|-----|---------------------------------------|-------------|
| - A | masse du creuset vide | [mg] ou [g] |
| - B | masse du creuset rempli | [mg] ou [g] |
| - C | masse du creuset rempli après séchage | [mg] ou [g] |

$$MS [\%] = (C - A) / (B - A) * 100$$

2. Matière sèche volatile (MSV)

Matériel :

- Four allant jusqu'à 650°C ou plus
- Creusets contenant les matières sèches
- Pince à creuset
- Dessiccateur garni de gel de silice
- Balance de précision

Mode opératoire :

- Placer le creuset contenant les matières sèches dans le four
- Chauffer le four à 550°C
- Calciner durant 2 heures
- Retirer le creuset du four
- Placer le creuset dans le dessiccateur et laisser refroidir
- Peser le creuset (D)

Expression des résultats :

- | | | |
|-----|---|-------------|
| - A | masse du creuset vide | [mg] ou [g] |
| - B | masse du creuset rempli | [mg] ou [g] |
| - C | masse du creuset rempli après séchage | [mg] ou [g] |
| - D | masse du creuset rempli après calcination | [mg] ou [g] |

$$MSV [\%] = (C - D) / (B - A) * 100$$

Ammonium

Pour la mesure de l'ammonium, le kit Merck a été utilisé. Toutes les indications sont données dans le mode d'emploi du kit. Le matériel nécessaire en supplément du kit était le suivant :

Matériel :

- Spectrophotomètre
- Portoir métallique

3. Acides gros volatils (AGV)

Les acides gras volatils ont été mesurés par chromatographie en phase liquide (HPLC).

Matériel :

- Centrifugeuse
- Filtres 0.45 µm
- Eau MilliQ
- Vials avec couvercles métalliques
- HPLC

Mode opératoire :

- Allumer le HPLC et le laisser se stabiliser
- Centrifuger les échantillons à analyser
- Filtrer le surnageant
- Diluer l'échantillon 10 fois avec de l'eau MilliQ
- Mettre les échantillons dilués dans les vials et les fermer
- Placer les échantillons dans le HPLC, placer un blanc (uniquement de l'eau MilliQ) tous les 10 échantillons
- Lancer la mesure avec l'HPLC

Lecture des résultats :

Le système de mesure de l'HPLC détecte les AGV suivants :

- Acide lactique
- Acide acétique
- Acide propionique
- Acide i-butyrique
- Acide n-butyrique
- Acide i-valérique
- Acide n-valérique

A la fin de la séquence de mesure de l'HPLC, les résultats sont donnés en mg/l pour chaque acide détecté.

Afin de connaître la concentration totale des AGV dans l'échantillon, il suffit de faire la somme des concentrations mesurées pour chaque acide.

Annexe II : Influence des conditions de mesures

Afin de s'assurer de l'influence des conditions de mesure sur les résultats avec les équipements AMPTS II, les résultats du contrôle positif réalisé avec de la cellulose ont été comparés dans un premier temps.

Théoriquement, le BMP de la cellulose s'élève à 414 Nml/g VS. Dans la pratique, une partie de la matière organique de la cellulose est utilisée pour la croissance et la maintenance des microorganismes. Une valeur allant plutôt de 355 à 390 Nml/g VS est attendue.

Le graphique ci-dessous présente les résultats de BMP obtenus durant les premières expériences réalisées. Les conditions expérimentales de chaque test sont mentionnées dans le tableau précédant le graphique.

Tableau 2: Conditions expérimentales des tests BMP sur la cellulose

N°	Prélèvement inoculum	Provenance inoculum	Stockage inoculum	Pré-traitement inoculum	Pré-incubation	Ratio I/S
1	1	Digesteur primaire	T° ambiante 3 jours	Non	Non	2
2	1	Digesteur primaire	T° ambiante 3 jours	Non	Non	4
3	2	Digesteur secondaire	4°C 3 jours	Non	Non	2
4	4	Digesteur secondaire	Non	Homogénéisation par mixage	6 jours	4
5	5	Digesteur secondaire	Non	Non	Non	4
6	5	Digesteur secondaire	Non	Non	7 jours	4
7	5	Digesteur secondaire	Non	Homogénéisation par mixage	7 jours	4
8	6	Digesteur primaire	4°C 3 jours	Non	7 jours	4
9	7	Digesteur primaire	4°C 3 jours	Non	Non	4
10	8	Digesteur primaire	T° ambiante 5 jours	Non	Non	4

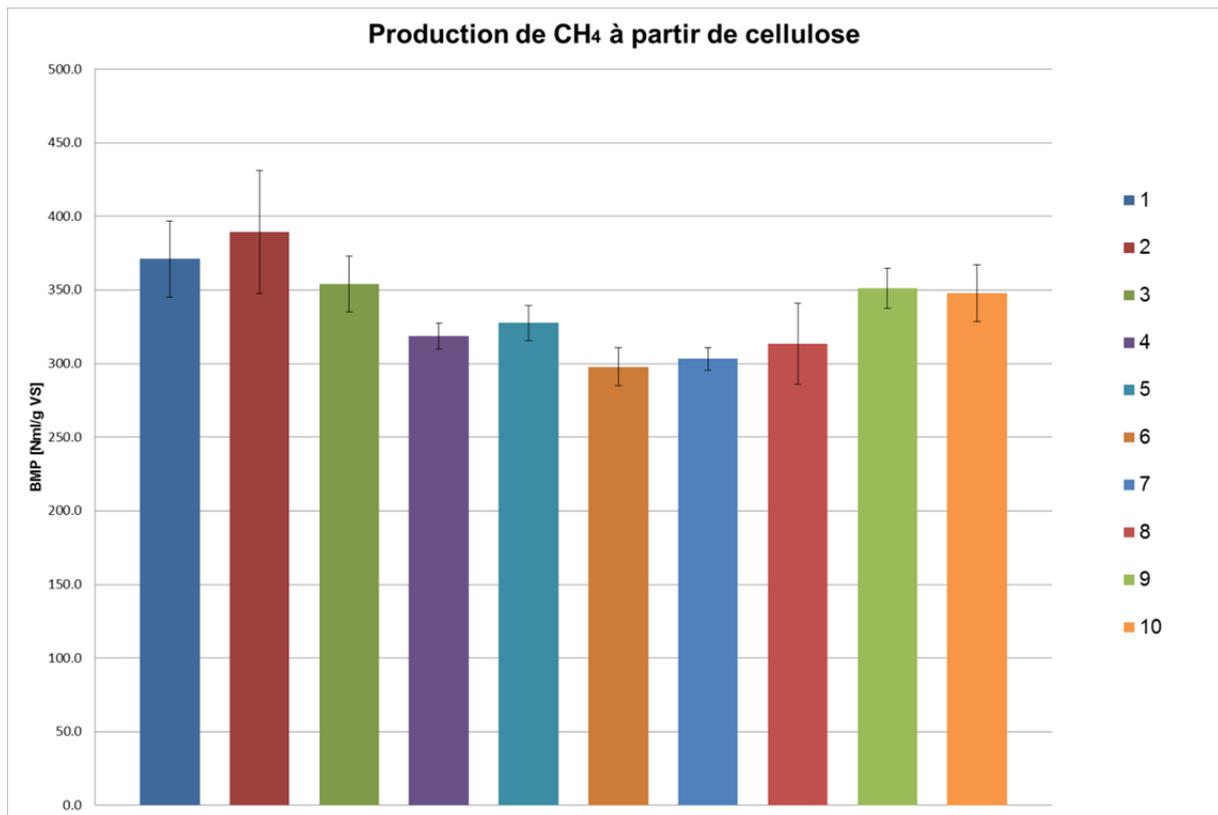


Figure 65: Résultats des tests BMP pour la cellulose

Une grande variation des résultats a pu être constatée, avec un BMP allant de 298 à 390 Nml CH₄/g VS. De plus, la plupart des résultats sont légèrement en dessous des valeurs attendues. Les paramètres étudiés et leurs influences sont décrits dans les sous-chapitres suivants.

a. Provenance de l'inoculum

Le paramètre ayant eu le plus d'impact sur les résultats est l'emplacement du prélèvement de l'inoculum. En effet, pour les résultats 3 à 7 l'inoculum a été échantillonné à la sortie du digesteur secondaire, alors que pour les autres expériences, celui-ci a été pris à la sortie du digesteur primaire de la STEP de Morges. En effet, les BMP mesurés avec l'inoculum provenant du digesteur secondaire sont tous bien inférieurs à 345 Nml CH₄/g VS alors que, dans la majorité des cas, l'inoculum provenant du digesteur primaire permet d'obtenir des résultats avoisinant cette valeur. Il est possible qu'entre les deux digesteurs, la composition des boues soit modifiée, principalement parce que le digesteur secondaire peut aussi être utilisé comme décanteur. Pour la suite du projet, il a donc été décidé d'échantillonner uniquement l'inoculum à la sortie du digesteur primaire.

b. Pré-incubation de l'inoculum

Un deuxième paramètre ayant une influence sur le résultat est la pré-incubation de l'inoculum.

En général, une pré-incubation est conseillée lorsque la production endogène de l'inoculum est importante et qu'elle risque de fausser les résultats des tests BMP.

L'inoculum sélectionné pour ce projet n'a pas une production endogène très importante par rapport à la production d'un substrat comme la cellulose, comme illustré dans la figure ci-dessous.

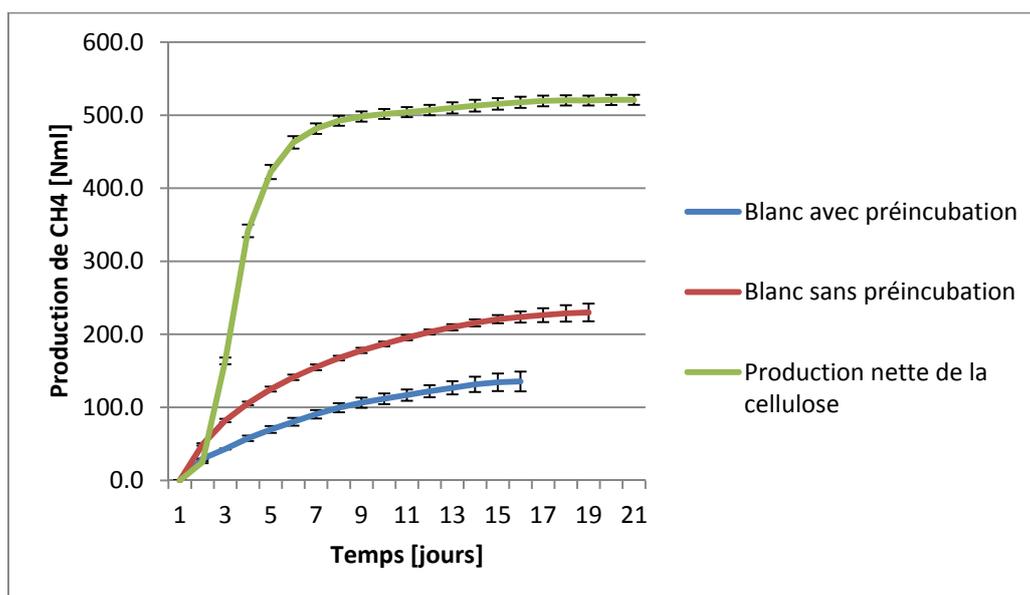


Figure 66: Comparaison de la production de CH₄ de l'inoculum avec ou sans pré-incubation

Les valeurs mesurées pour la digestion de la cellulose précédée par une pré-incubation de l'inoculum (résultats 4, 6, 7 et 8) sont plutôt plus faibles que celles sans pré-incubation, avec une différence allant jusqu'à 30 Nml CH₄/g VS.

La biodégradation des substrats n'est donc pas meilleure après pré-incubation de l'inoculum. Il a dès lors été retenu de ne pas effectuer de pré-incubation avec cet inoculum.

c. Homogénéisation de l'inoculum

Afin de réduire au maximum la différence entre les productions endogènes dans les différents batchs, l'inoculum a été homogénéisé avant son utilisation pour certaines expériences. Un mixeur de cuisine a été utilisé afin d'éliminer les « morceaux » pouvant se trouver dans l'inoculum.

Cette homogénéisation a permis d'améliorer que de 3 à 4% l'écart-type entre les blancs et n'a eu aucune influence sur l'efficacité des microorganismes à digérer les substrats (résultats 4 et 7). Elle n'a donc pas été conservée pour la suite des expériences.

d. Ratio inoculum/substrat

Un ratio I/S de 4 g MSV_{inoculum}/g MSV_{substrat} a été fixé lors du projet précédent. Un ratio de 2 g MSV_{inoculum}/g MSV_{substrat} a toutefois été testé lors des deux premières expériences afin d'étudier l'impact du ratio sur la biodégradation des substrats.

Aucune différence notable n'a été mise en évidence entre ces deux ratio.

e. Méthode de mesures

Etant donné que la majorité des résultats obtenus pour le BMP de la cellulose sont en-dessous des valeurs attendues et également en-dessous des valeurs obtenues lors du précédent projet (BMP

déterminé manuellement)[3], il a été décidé de faire une étude comparative en collaboration avec le laboratoire de biotechnologie environnementale de la « Zürcher Hochschule für Angewandte Wissenschaften » de Wädenswil. Ce laboratoire utilise une installation AMPTS I.

Les résultats de cette étude sont présentés ci-dessous.

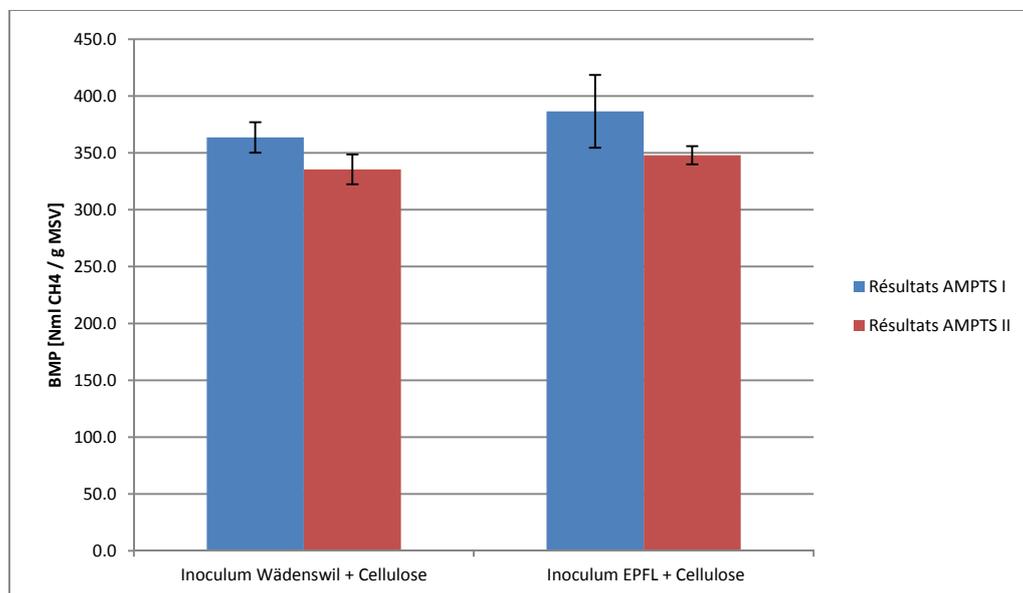


Figure 67 : Comparaison des résultats AMPTS I et AMPTS II

Le BMP déterminé à l'aide de l'AMPTS I correspond aux valeurs attendues. Il est dans les deux cas plus élevé que les valeurs mesurées par l'AMPTS II.

La différence principale entre les deux modèles d'AMPTS est qu'une correction automatique de surestimation, due à l'utilisation de N₂ comme gaz de rinçage, est réalisée par le software de l'AMPTS II, alors que celle-ci n'existe pas pour l'AMPTS I.

Suite à l'analyse de ces résultats, une rencontre avec Monsieur Jin Liu, concepteur des installations AMPTS, a été organisée.

Après discussion, il en est ressorti que quelques améliorations pouvaient être apportées à la procédure expérimentale afin de minimiser les erreurs possibles, comme celle de changer le gaz de rinçage et de le remplacer par un mélange de 60% N₂/40% CO₂. Ceci permet d'éliminer l'option de correction dans le système informatique et de connaître la production brute totale de CH₄. Une diminution du dôme gazeux a aussi été réalisée en augmentant le volume introduit dans chaque batch.

f. Conclusion

La cellulose est fréquemment utilisée comme test positif lors de tests BMP. Elle permet non seulement de vérifier que l'inoculum choisi est adapté aux tests BMP mais également de souligner des problèmes de manipulation ou de mesures pouvant influencer les résultats.

Il a été mis en évidence ici que deux paramètres principaux pouvaient influencer les résultats du BMP de la cellulose. Premièrement, l'emplacement du prélèvement de l'inoculum à la STEP de Morges. En effet, il a été démontré que les boues à la sortie du digesteur primaire avaient une activité préférable à celles de la sortie du digesteur secondaire.

En second lieu, il a été prouvé qu'une pré-incubation de l'inoculum n'était pas nécessaire et qu'elle avait tendance à réduire sa capacité de dégradation des substrats. Pour la suite des expériences, l'inoculum a donc été pris à la sortie du digesteur primaire et sera utilisé tel quel pour les tests BMP.

Enfin, une adaptation du protocole d'utilisation de l'installation AMPTS II a pu être mis au point, afin d'atteindre des valeurs cohérentes pour le BMP de la cellulose.

Annexe III : Inoculum et tests positifs

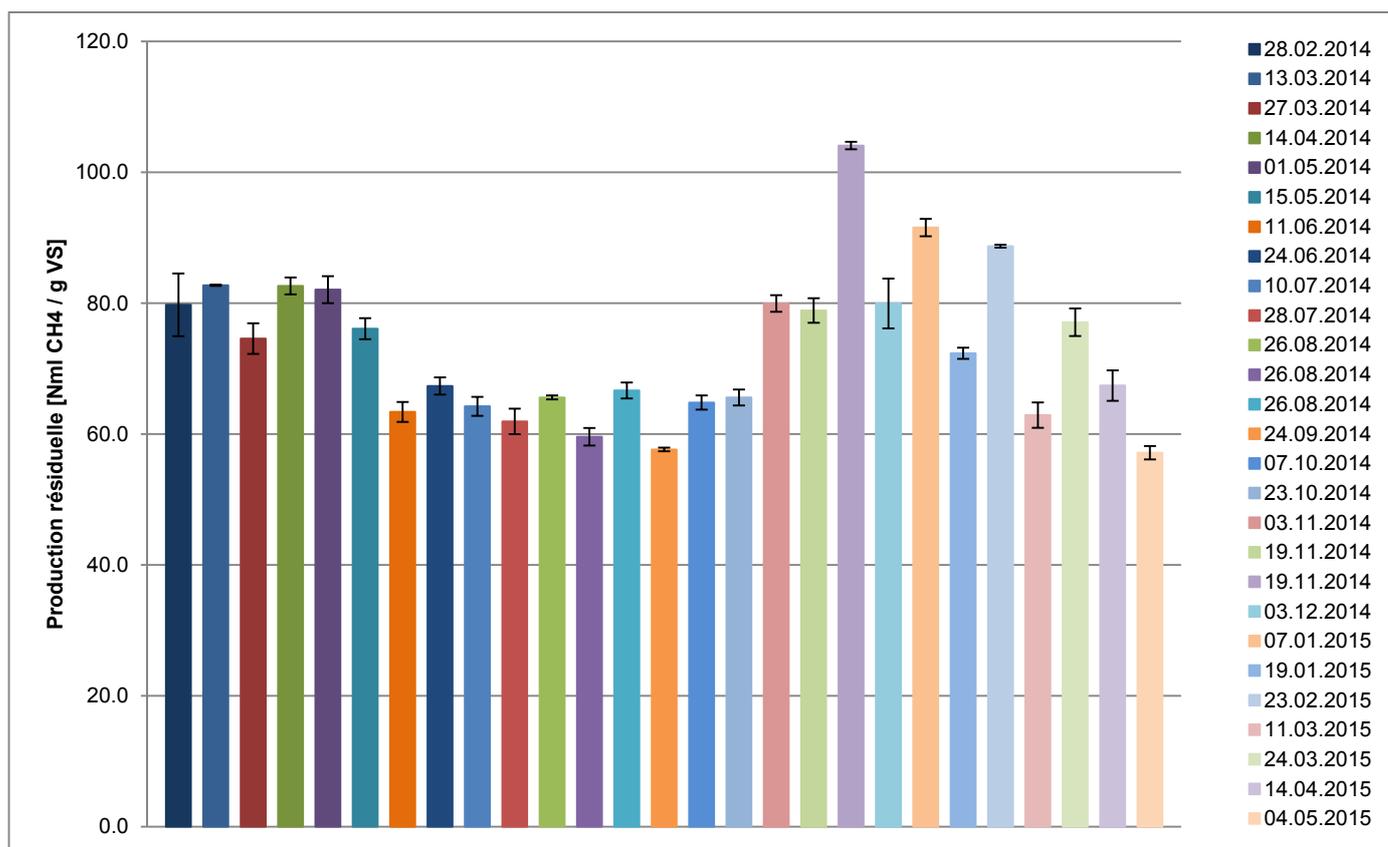


Figure 68 : Production résiduelle de l'inoculum de Morges

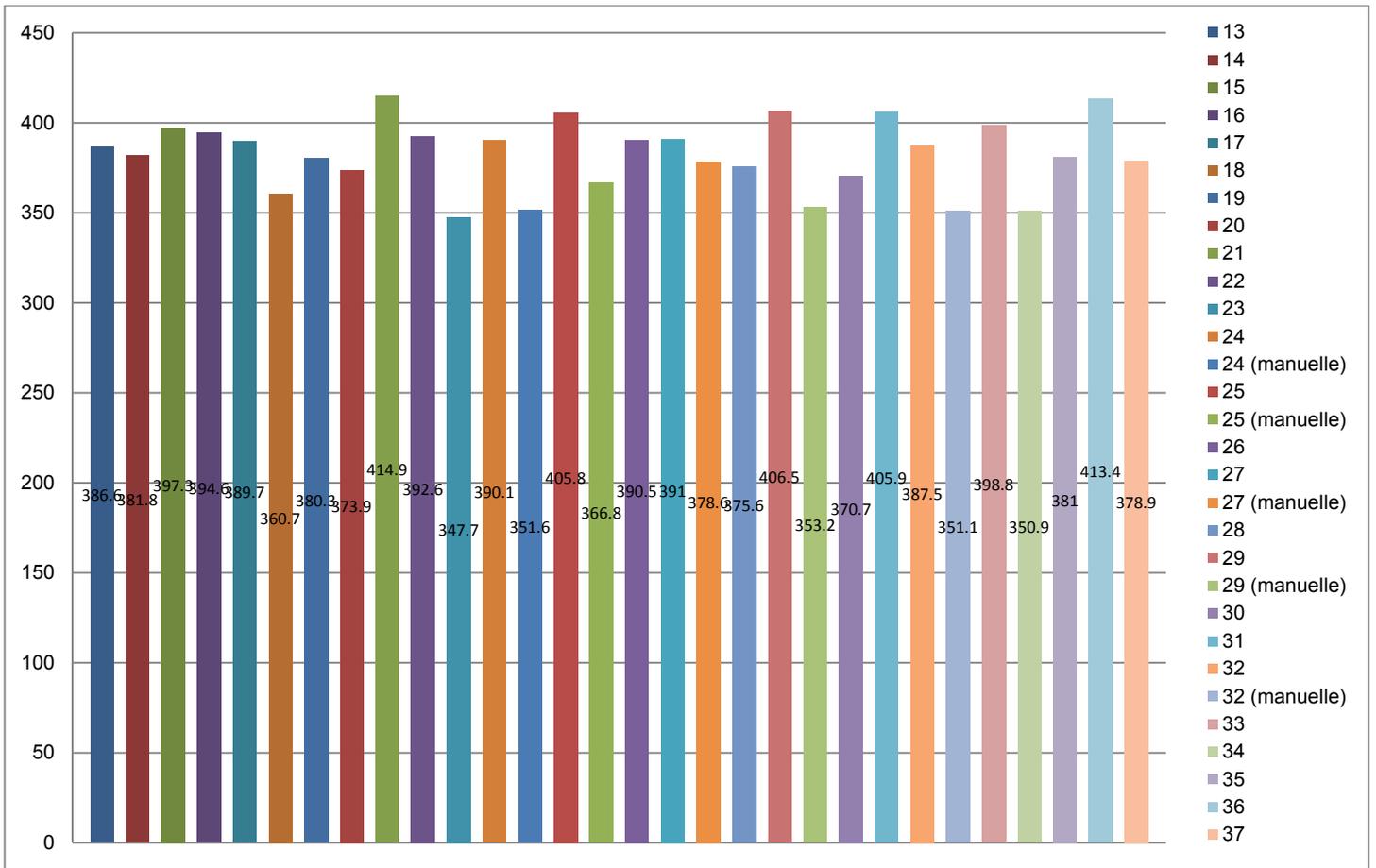


Figure 69 : BMP des tests positifs avec de la cellulose

Annexe IV : pH, AGV et NH₄ des digestats

La mesure du pH, des AGV et du NH₄ contenus dans les digestats permet de vérifier la qualité de ceux-ci. Ces mesures ont été réalisées pour l'inoculum provenant de la STEP de Morges, ainsi que pour les digestats de Berne et de Villeneuve.

Les tableaux ci-dessous présentent les valeurs obtenues. Celles-ci sont toutes en-dessous de la valeur critique pour les AGV et le NH₄ fixée à 2500 mg/L.

a. Inoculum de la STEP de Morges

Tableau 3 : Teneur en AGV et NH₄ de différents échantillons de l'inoculum de la STEP de Morges

N° échantillon	AGV [mg/L]	NH ₄ [mg/L]
1	12.7	840
2	85.2	730
3	71.1	680
4	66.3	770
5	43.8	640

b. Digestat de la STEP de Berne

Tableau 4 : Teneur en AGV et NH₄ des échantillons du digestat de la STEP de Berne

Date de l'échantillon	AGV [mg/L]	NH ₄ [mg/L]
27.02.2014	30	720
27.03.2014	120.1	610
21.05.2014	114.2	710

c. Digestat de Villeneuve

Tableau 5 : Teneur en AGV et NH₄ des échantillons du digestat de Villeneuve

Date de l'échantillon	AGV [mg/L]	NH ₄ [mg/L]
13.03.2014	106.9	1410
10.04.2014	-	1160
14.05.2014	-	560
05.06.2014	66.1	1480
24.07.2014	1191.4	970

Annexe V : Analyses statistiques

a. Somme des écarts-types

Lors de l'addition ou de la soustraction de valeurs possédant chacune un écart-type, la formule suivante a été utilisée pour le calcul de l'écart-type global.

$$\sigma_{global} = \sqrt{\sum_{i=1}^n \sigma_i}$$

Par contre, lors du calcul du BMP moyen, il a été décidé de calculer l'écart-type en se basant sur les valeurs des BMP de chaque échantillon afin de représenter la variabilité du substrat.

b. Propagation de l'erreur

Afin de prendre en compte l'écart-type de la production de méthane, ainsi que celui de la mesure de la MSV lors du calcul de l'écart-type du BMP d'un échantillon, la formule suivante peut être utilisée :

$$\sigma_{BMP}^2 = \begin{bmatrix} \frac{BMP}{Prod_{CH_4}} & -\frac{BMP}{MSV} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_{Prod}^2 & \sigma_{Prod*MSV} \\ \sigma_{Prod*MSV} & \sigma_{MSV}^2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \frac{BMP}{Prod_{CH_4}} \\ \frac{BMP}{MSV} \end{bmatrix}$$

En posant l'hypothèse que la corrélation entre la production de CH₄ et la teneur en MSV est nulle, alors $\sigma_{Prod*MSV} = 0$, ce qui permet d'établir l'équation finale :

$$\sigma_{BMP}^2 = \left(\frac{BMP}{Prod_{CH_4}} \right)^2 * \sigma_{ProdCH_4}^2 + \left(\frac{BMP}{MSV} \right)^2 * \sigma_{MSV}^2$$

- Où
- BMP = Valeur moyenne calculée sur la base des 3 batchs réalisés
 - Prod_{CH₄} = Moyenne de la production nette de CH₄ après soustraction des blancs
 - MSV = Teneur en MSV de l'échantillon étudié
 - σ_{BMP} = écart-type global du BMP
 - σ_{ProdCH_4} = écart-type de la production nette de CH₄
 - σ_{MSV} = écart-type de la MSV de l'échantillon

c. Test de Student

Pour une analyse statistique sur une moyenne, la loi de Student "distribution t" est utilisée :

$$\frac{\bar{X} - \mu}{\sqrt{\frac{s^2}{n}}} \approx t_{df}$$

- où
- X=estimation de la moyenne sur la base des valeurs mesurées
 - μ =moyenne réelle (inconnue)
 - s=écart-type estimé sur la base des valeurs mesurées

n=nombre d'observation

tdf=distribution t avec un degré de liberté df (qui vaut n-1 lorsque l'on étudie une moyenne)

Pour la comparaison de 2 moyennes, on pose les hypothèses suivantes :

$$H_0 : \mu_1 = \mu_2 \text{ et } H_1 : \mu_1 \neq \mu_2$$

Afin de conclure sur ces hypothèses, il est nécessaire de calculer une p-value. La p-value est un nombre entre 0 et 1 qui quantifie la puissance de l'évidence contre l'hypothèse nulle. En d'autre mot, en imaginant que H_0 est vraie, cette valeur permet de savoir à quelle fréquence on a des chances d'observer une telle hypothèse. Plus la p-value est petite, plus l'évidence contre H_0 est forte.

$$\frac{(\bar{X}_1 - \bar{X}_2) - (\mu_1 - \mu_2)}{\sqrt{\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}}} \approx t_{df} \quad p\text{-value} = P\left(|t_{df}| \geq \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{\sqrt{\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}}}\right) \quad \text{où} \quad \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{\sqrt{\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}}} = t_{critique}$$

Pour un intervalle de confiance de **95%** (ce qui est communément utilisé), il faut que **p-value ≤ 0.05** pour que l'on puisse rejeter l'hypothèse nulle.

Pour réaliser l'analyse statistique, la valeur critique de t est tout d'abord calculée.

Puis, la valeur du degré de liberté peut être déterminée avec la formule suivante:

$$df = \frac{\left(\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}\right)^2}{\frac{(s_1^2/n_1)^2}{n_1 - 1} + \frac{(s_2^2/n_2)^2}{n_2 - 1}}$$

Cette formule doit être utilisée lorsque les deux échantillons n'ont pas la même variance. En revanche, s'il est décidé que les deux variances sont égales, $df = n_1 + n_2 - 2$.

Lorsque $t_{critique}$ et df sont connus et que l'intervalle de confiance souhaité a été fixé, la valeur de t_{df} peut être déterminée à l'aide de la table des valeurs de distribution de la loi de student, se trouvant ci-dessous.

Pour finir, la valeur de t_{df} est comparée à la valeur $t_{critique}$ calculée précédemment.

Si $t_{critique} > t_{df}$, l'hypothèse nulle peut être rejetée et il est possible de conclure que $p\text{-value} \leq 0.05$ et donc que les deux moyennes ne sont pas égales. Si ce n'est pas le cas, il n'est pas possible de rejeter H_0 .

La p-value peut également être calculée à l'aide d'un programme informatique, afin de s'assurer que la conclusion concernant H_0 est la bonne.

Tableau 6: Table des valeurs de distribution de la loi de Student

Student t Table						
Degrees of Freedom	Confidence Interval					
	80% t _{.90}	90% t _{.95}	95% t _{.975}	98% t _{.99}	99% t _{.995}	99.73% t _{.9985}
1	3.078	6.314	12.706	31.821	63.657	235.800
2	1.886	2.920	4.303	6.965	9.925	19.207
3	1.638	2.353	3.182	4.541	5.841	9.219
4	1.533	2.132	2.776	3.747	4.604	6.620
5	1.476	2.015	2.571	3.365	4.032	5.507
6	1.440	1.943	2.447	3.143	3.707	4.904
7	1.415	1.895	2.365	2.998	3.499	4.530
8	1.397	1.860	2.306	2.896	3.355	4.277
9	1.383	1.833	2.262	2.821	3.250	4.094
10	1.372	1.812	2.228	2.764	3.169	3.975
11	1.363	1.796	2.201	2.718	3.106	3.850
12	1.356	1.782	2.179	2.681	3.055	3.764
13	1.350	1.771	2.160	2.650	3.012	3.694
14	1.345	1.761	2.145	2.624	2.977	3.636
15	1.341	1.753	2.131	2.602	2.947	3.586
16	1.337	1.746	2.120	2.583	2.921	3.544
17	1.333	1.740	2.110	2.567	2.898	3.507
18	1.330	1.734	2.101	2.552	2.878	3.475
19	1.328	1.729	2.093	2.539	2.861	3.447
20	1.325	1.725	2.086	2.528	2.845	3.422
25	1.316	1.708	2.060	2.485	2.787	3.330
30	1.310	1.697	2.042	2.457	2.750	3.270
40	1.303	1.684	2.021	2.423	2.704	3.199
60	1.296	1.671	2.000	2.390	2.660	3.310

d. Corrélation de Spearman

La corrélation de Spearman, ou rho de Spearman est étudiée lorsque deux variables semblent corrélées sans que la relation entre les deux variables soit de type affine. Elle consiste à déterminer un coefficient de corrélation, non pas entre les valeurs prises par les deux variables mais entre les rangs de ces valeurs.

Il s'agit tout d'abord de trier les valeurs de la première variable, leur attribuer un numéro d'ordre croissant, puis remplacer les valeurs correspondantes de la seconde série par leur rang.

Le coefficient rho est calculé de la manière suivante :

$$\rho = 1 - \frac{6 \sum_{i=1}^n d_i^2}{n^3 - n}$$

où d_i : Différence entre le rang de l'observation i et celui de sa valeur

Rho est toujours compris entre -1 (corrélacion négative) et 1 (corrélacion positive).

La table ci-dessous permet d'établir, sur la base du nombre de valeurs et de l'intervalle de confiance choisi (habituellement 95%), s'il est possible de considérer qu'il y a une corrélation entre les deux variables. Il suffit que le coefficient rho calculé soit supérieur à la valeur indiquée dans la table.

Tableau 7 : Table des valeurs de corrélation de Spearman

n	α(2) :										α(2) :									
	0,50	0,20	0,10	0,05	0,02	0,01	0,005	0,002	0,001	0,0005	0,50	0,20	0,10	0,05	0,02	0,01	0,005	0,002	0,001	0,0005
4	0,600	1,000	1,000	1,000	1,000						0,096	0,182	0,233	0,276	0,326	0,359	0,390	0,426	0,451	
5	0,500	0,800	0,900	1,000	1,000						0,095	0,180	0,231	0,274	0,323	0,356	0,386	0,422	0,447	
6	0,371	0,657	0,829	0,886	0,943	1,000	1,000	1,000	1,000		0,094	0,177	0,228	0,271	0,320	0,352	0,382	0,418	0,443	
7	0,321	0,571	0,714	0,786	0,833	0,881	0,906	0,952	0,976		0,093	0,177	0,226	0,268	0,317	0,349	0,379	0,414	0,439	
8	0,310	0,524	0,643	0,758	0,833	0,881	0,905	0,952	0,976			0,175	0,224	0,266	0,314	0,346	0,375	0,411	0,435	
9	0,267	0,483	0,600	0,700	0,785	0,833	0,867	0,917	0,933				0,222	0,264	0,311	0,343	0,372	0,407	0,432	
10	0,248	0,455	0,564	0,648	0,745	0,794	0,830	0,879	0,903				0,217	0,259	0,306	0,337	0,366	0,400	0,424	
11	0,236	0,427	0,536	0,618	0,709	0,755	0,800	0,845	0,873				0,218	0,259	0,306	0,337	0,366	0,400	0,424	
12	0,217	0,406	0,503	0,587	0,678	0,727	0,769	0,818	0,846				0,216	0,257	0,303	0,334	0,363	0,397	0,421	
13	0,209	0,395	0,484	0,560	0,648	0,705	0,747	0,791	0,824				0,214	0,255	0,300	0,331	0,360	0,394	0,418	
14	0,200	0,367	0,464	0,538	0,626	0,679	0,723	0,771	0,802				0,211	0,250	0,296	0,326	0,354	0,388	0,411	
15	0,189	0,354	0,446	0,521	0,604	0,654	0,700	0,750	0,779				0,208	0,248	0,293	0,323	0,351	0,385	0,408	
16	0,182	0,341	0,429	0,503	0,582	0,635	0,679	0,729	0,762				0,206	0,246	0,291	0,321	0,348	0,382	0,405	
17	0,176	0,328	0,414	0,485	0,566	0,615	0,662	0,711	0,748				0,204	0,244	0,289	0,318	0,346	0,379	0,402	
18	0,170	0,317	0,401	0,472	0,550	0,600	0,643	0,695	0,728				0,203	0,243	0,288	0,317	0,345	0,378	0,401	
19	0,165	0,309	0,391	0,460	0,535	0,584	0,628	0,677	0,712				0,201	0,241	0,286	0,315	0,343	0,376	0,399	
20	0,161	0,299	0,380	0,447	0,520	0,570	0,612	0,662	0,696				0,200	0,240	0,285	0,314	0,342	0,375	0,398	
21	0,156	0,292	0,370	0,435	0,508	0,556	0,599	0,648	0,681				0,198	0,238	0,283	0,312	0,340	0,373	0,396	
22	0,152	0,284	0,361	0,425	0,496	0,544	0,586	0,634	0,667				0,197	0,237	0,282	0,311	0,338	0,371	0,394	
23	0,148	0,278	0,355	0,415	0,486	0,532	0,573	0,622	0,654				0,196	0,236	0,281	0,310	0,337	0,370	0,393	
24	0,144	0,271	0,344	0,406	0,476	0,521	0,562	0,610	0,642				0,195	0,235	0,280	0,309	0,336	0,369	0,392	
25	0,142	0,265	0,337	0,398	0,466	0,511	0,551	0,598	0,630				0,194	0,234	0,279	0,308	0,335	0,368	0,391	
26	0,138	0,259	0,331	0,390	0,457	0,501	0,541	0,587	0,619				0,193	0,233	0,278	0,307	0,334	0,367	0,390	
27	0,136	0,255	0,324	0,382	0,448	0,491	0,531	0,577	0,608				0,192	0,232	0,277	0,306	0,333	0,366	0,389	
28	0,133	0,250	0,317	0,375	0,440	0,483	0,522	0,567	0,598				0,191	0,231	0,276	0,305	0,332	0,365	0,388	
29	0,130	0,249	0,312	0,368	0,433	0,475	0,513	0,558	0,589				0,190	0,230	0,275	0,304	0,331	0,364	0,387	
30	0,128	0,240	0,306	0,362	0,425	0,467	0,504	0,549	0,580				0,189	0,229	0,274	0,303	0,330	0,363	0,386	
31	0,126	0,236	0,301	0,356	0,418	0,459	0,496	0,541	0,571				0,188	0,228	0,273	0,302	0,329	0,362	0,385	
32	0,124	0,232	0,296	0,350	0,412	0,452	0,489	0,533	0,563				0,187	0,227	0,272	0,301	0,328	0,361	0,384	
33	0,121	0,229	0,291	0,345	0,405	0,446	0,482	0,525	0,554				0,186	0,226	0,271	0,300	0,327	0,360	0,383	
34	0,120	0,225	0,287	0,340	0,399	0,439	0,475	0,517	0,547				0,185	0,225	0,270	0,299	0,326	0,359	0,382	
35	0,118	0,222	0,283	0,335	0,394	0,433	0,468	0,510	0,539				0,184	0,224	0,269	0,298	0,325	0,358	0,381	
36	0,116	0,219	0,279	0,330	0,388	0,427	0,462	0,504	0,533				0,183	0,223	0,268	0,297	0,324	0,357	0,380	
37	0,114	0,216	0,275	0,325	0,383	0,421	0,456	0,497	0,526				0,182	0,222	0,267	0,296	0,323	0,356	0,379	
38	0,113	0,212	0,271	0,321	0,378	0,415	0,450	0,491	0,519				0,181	0,221	0,266	0,295	0,322	0,355	0,378	
39	0,111	0,210	0,267	0,317	0,373	0,410	0,444	0,485	0,513				0,180	0,220	0,265	0,294	0,321	0,354	0,377	
40	0,110	0,207	0,264	0,313	0,368	0,405	0,439	0,479	0,507				0,179	0,219	0,264	0,293	0,320	0,353	0,376	
41	0,108	0,204	0,261	0,309	0,364	0,400	0,433	0,473	0,501				0,178	0,218	0,263	0,292	0,319	0,352	0,375	
42	0,107	0,202	0,257	0,305	0,359	0,395	0,428	0,468	0,495				0,177	0,217	0,262	0,291	0,318	0,351	0,374	
43	0,105	0,199	0,254	0,301	0,355	0,391	0,423	0,463	0,490				0,176	0,216	0,261	0,290	0,317	0,350	0,373	
44	0,104	0,197	0,251	0,298	0,351	0,386	0,419	0,458	0,484				0,175	0,215	0,260	0,289	0,316	0,349	0,372	
45	0,103	0,194	0,248	0,294	0,347	0,382	0,414	0,453	0,479				0,174	0,214	0,259	0,288	0,315	0,348	0,371	
46	0,102	0,192	0,246	0,291	0,343	0,378	0,410	0,448	0,474				0,173	0,213	0,258	0,287	0,314	0,347	0,370	
47	0,101	0,190	0,243	0,288	0,340	0,374	0,405	0,443	0,469				0,172	0,212	0,257	0,286	0,313	0,346	0,369	
48	0,100	0,188	0,240	0,285	0,336	0,370	0,401	0,439	0,465				0,171	0,211	0,256	0,285	0,312	0,345	0,368	
49	0,098	0,186	0,238	0,282	0,333	0,366	0,397	0,434	0,460				0,170	0,210	0,255	0,284	0,311	0,344	0,367	
50	0,097	0,184	0,235	0,279	0,329	0,363	0,393	0,430	0,456				0,169	0,209	0,254	0,283	0,310	0,343	0,366	

e. Test de Dixon

Le test de Dixon, ou test Q, est utilisé pour éliminer des valeurs aberrantes d'une série de données.

Pour appliquer ce test, il faut calculer une valeur Q et la comparer avec la valeur Q_{critique} fournie dans la table de Dixon, pour un intervalle de confiance donné.

La valeur Q se calcule comme suit :

$$Q = \frac{\text{Ecart}}{\text{Etendue}} \quad \text{Où} \quad \begin{array}{l} \text{Ecart est la différence entre la valeur testée et la valeur la plus proche de} \\ \text{celle-ci} \end{array}$$

Etendue est la différence entre la valeur la plus grande et la valeur la plus petite de la série

Si la valeur Q calculée est supérieure à la valeur Q_{critique} déterminée à l'aide de la table ci-dessous, la donnée peut être considérée comme aberrante et être donc éliminée.

Tableau 8 : Table de Dixon, détermination du Q_{critique}

Nombre de données :	3	4	5	6	7	8	9	10
Q ₉₀ % :	0,941	0,765	0,642	0,560	0,507	0,468	0,437	0,412
Q ₉₅ % :	0,970	0,829	0,710	0,625	0,568	0,526	0,493	0,466
Q ₉₉ % :	0,994	0,926	0,821	0,740	0,680	0,634	0,598	0,568

Annexe VI : Schéma général de la station d'épuration de Berne



- 1 : Arrivée de l'eau : dégrillage grossier
- 2 : dessableur
- 3 : décanteurs primaires
- 4 : biofiltres
- 5 : filtre à sable
- 6 : pré-épaisseurs de boues avant digestion
- 7 : digesteurs
- 8 : déshydratation des boues digérées
- 9 : séchage des boues
- 10 : purification du biogaz en biométhane
- 11 : échangeur de chaleur

Annexe VII : Traitement des co-substrats à la STEP de Berne

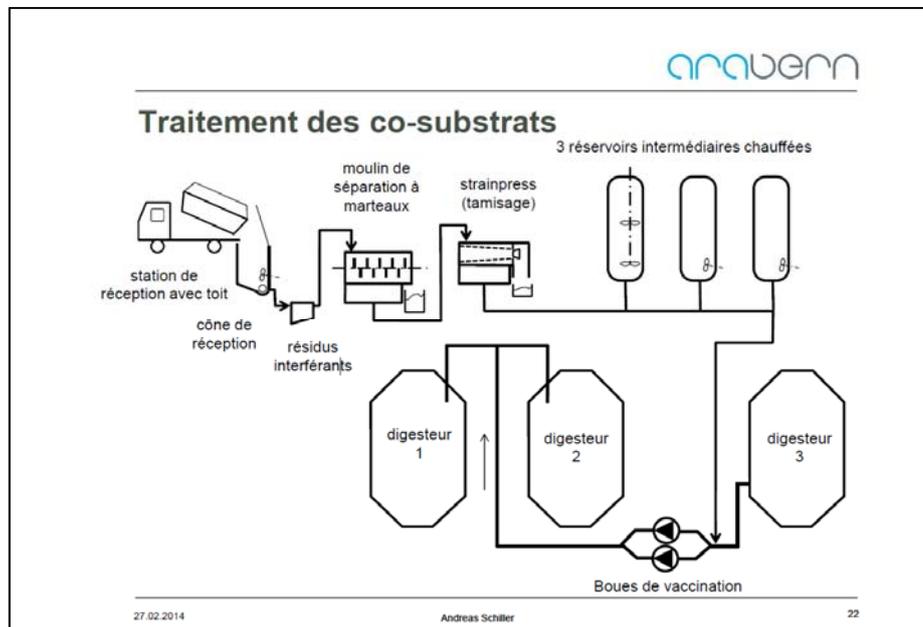
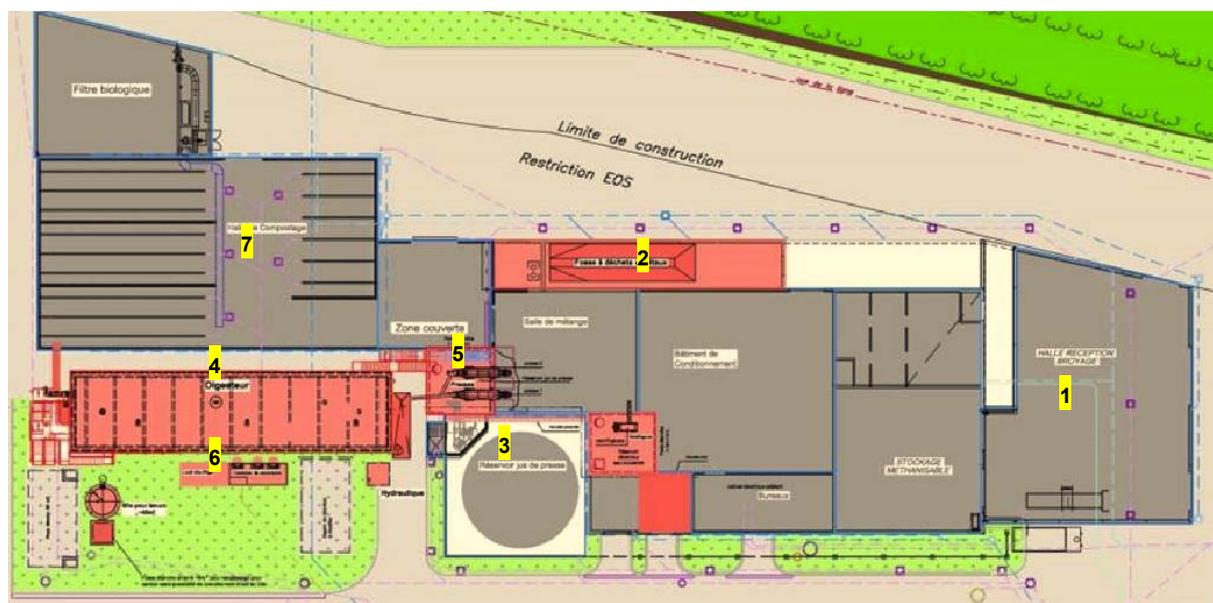


Figure 70 : Schéma de la gestion des co-substrats à la STEP de Berne

Annexe VIII : Schéma général de l'installation de Villeneuve



- 1 : réception broyage des déchets verts
- 2 : réceptions et pré-traitement des déchets alimentaires
- 3 : stockage de la pulpe de déchets alimentaires
- 4 : digesteur
- 5 : déshydratation du digestat
- 6 : valorisation électrique du biogaz
- 7 : compostage du digestat

Annexe IX : Résultats détaillés des analyses des déchets verts et des lavures

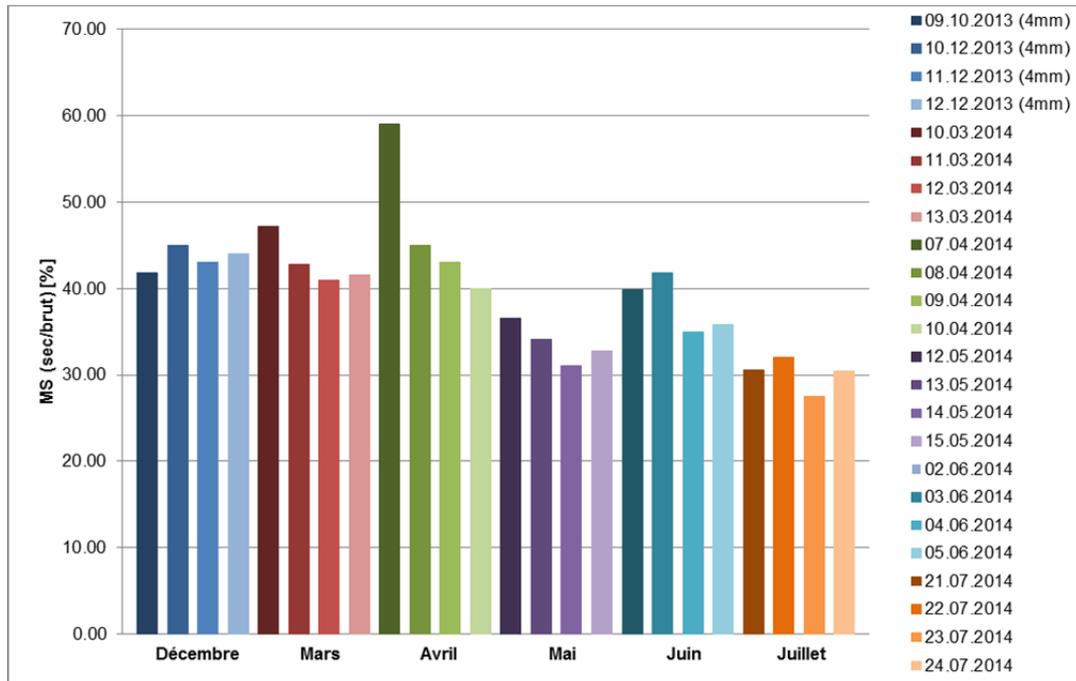


Figure 71 : Matière sèche des déchets verts

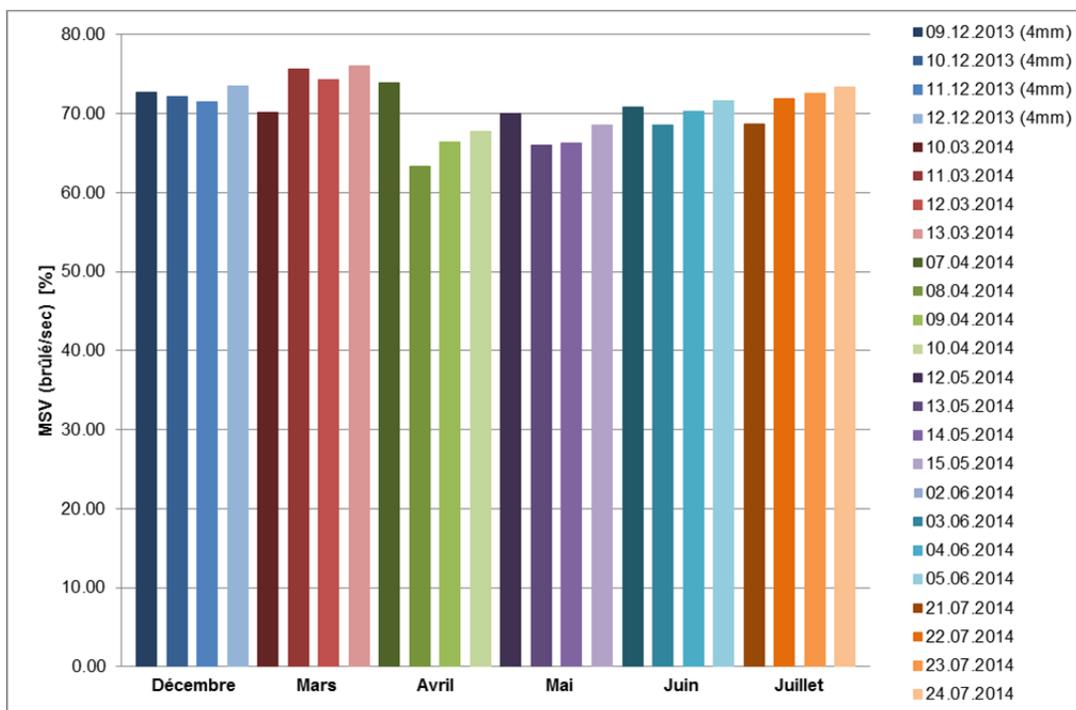


Figure 72 / Matière sèche volatile des déchets verts

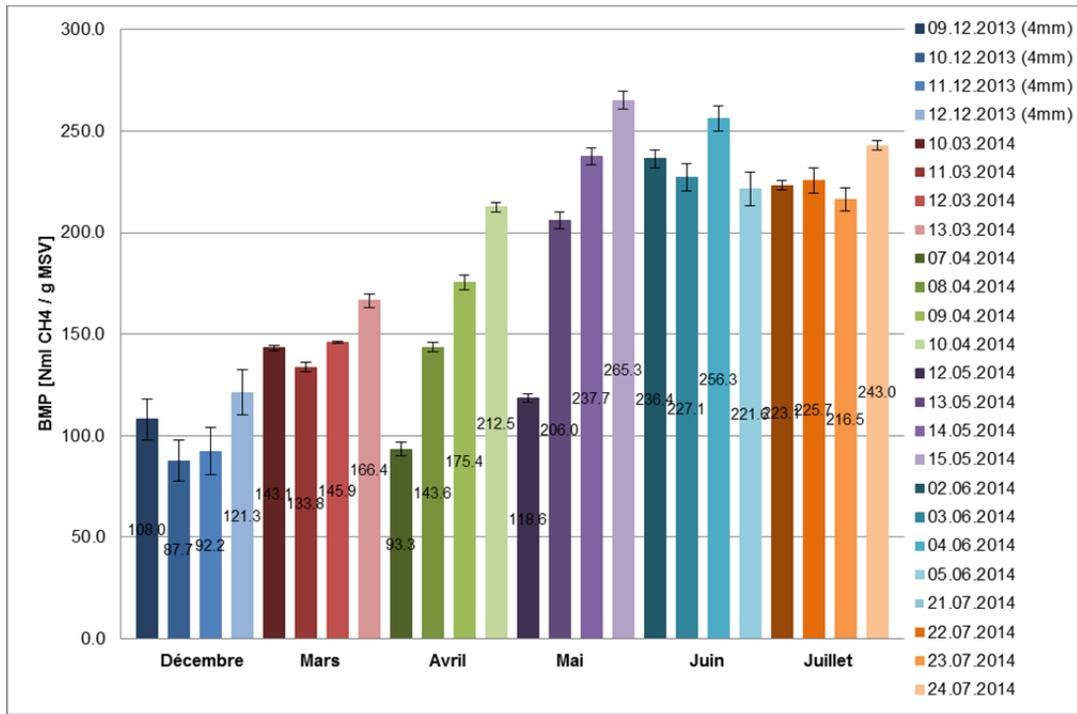


Figure 73 : BMP des déchets verts

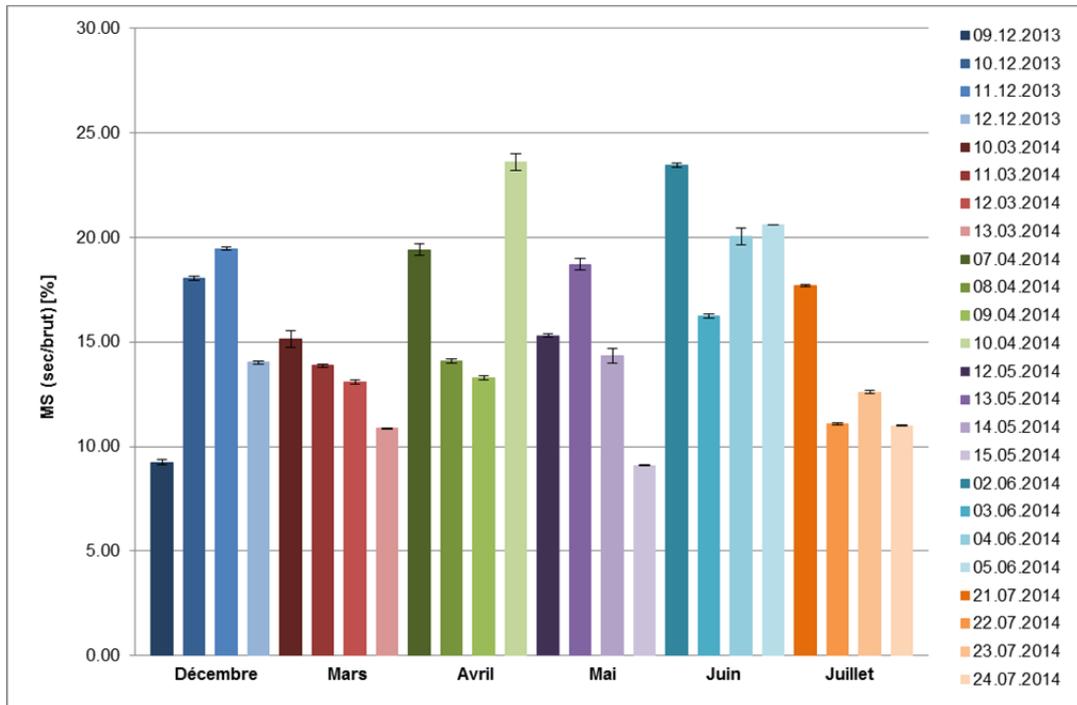


Figure 74: Matière sèche des lavures

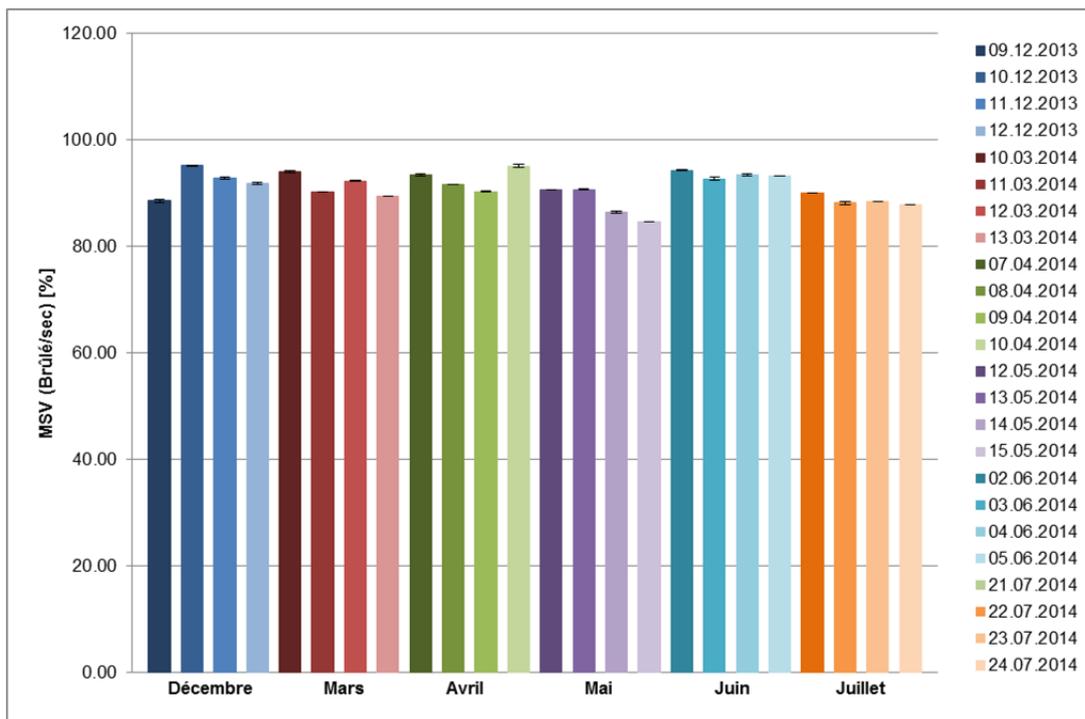


Figure 75 : Matière sèche Volatile des lavures

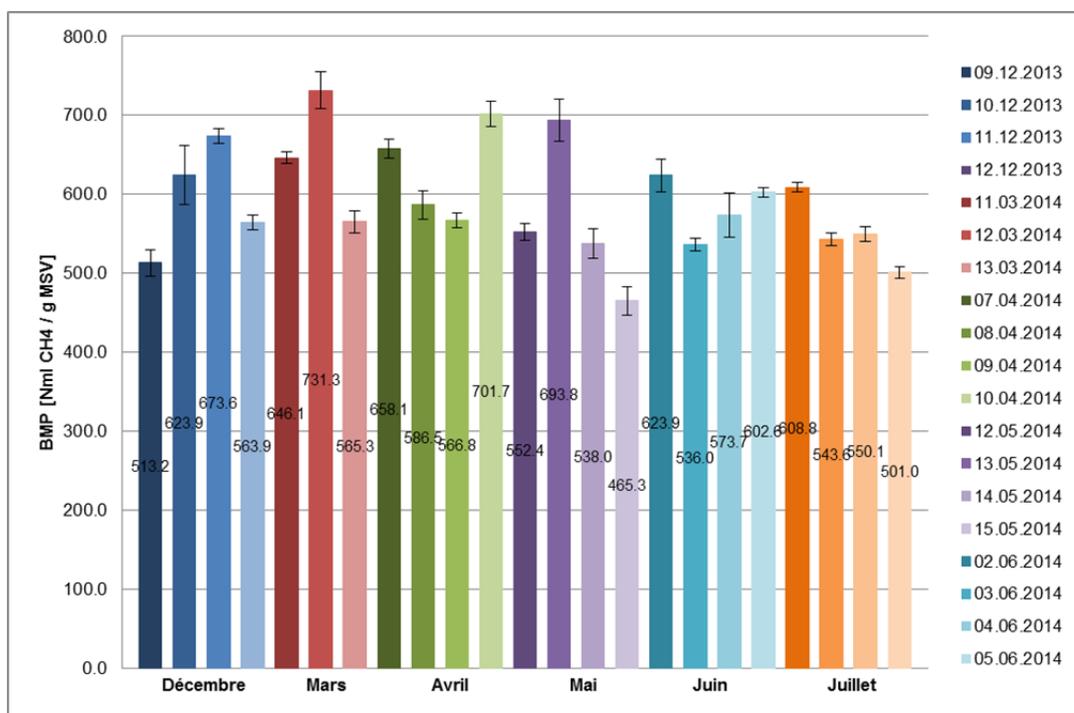


Figure 76 : BMP des lavures