



**HAL**  
open science

# Conception de réacteurs et compteurs de gaz innovants pour la méthanisation en voie sèche à l'échelle laboratoire

Arnaud Dujany, L. André, S. Mottelet, S. Azimi, S. Guérin, V. Rocher, A.  
Pauss, Thierry Ribeiro

► **To cite this version:**

Arnaud Dujany, L. André, S. Mottelet, S. Azimi, S. Guérin, et al.. Conception de réacteurs et compteurs de gaz innovants pour la méthanisation en voie sèche à l'échelle laboratoire. TSM. Techniques Sciences Méthodes – Génie urbain, génie rural, 2020, 9, pp.71-82. 10.36904/tsm/202009071 . hal-04200171

**HAL Id: hal-04200171**

**<https://hal.science/hal-04200171>**

Submitted on 29 Nov 2023

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

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

1 **CONCEPTION DE RÉACTEURS ET COMPTEURS DE GAZ INNOVANTS POUR LA**  
2 **METHANISATION EN VOIE SÈCHE À L'ÉCHELLE LABORATOIRE**

3 **DESIGN OF INNOVATIVE REACTORS AND GAS COUNTERS FOR DRY ANAEROBIC DIGESTION**  
4 **STUDY AT LABORATORY SCALE**

5 **Arnaud COUTU<sup>1,2,3</sup>, Laura ANDRÉ<sup>2</sup>, Stéphane MOTTELET<sup>1</sup>, Sam AZIMI<sup>3</sup>, Sabrina GUERIN<sup>3</sup>,**  
6 **Vincent ROCHER<sup>3</sup>, André PAUSS<sup>1</sup>, Thierry RIBEIRO<sup>2\*</sup>**

7 <sup>1</sup>Alliance Sorbonne Université, EA 4297 TIMR UTC/ESCOM, UTC, CS 60319, 60203 Compiègne  
8 Cedex, France

9 <sup>2</sup>Institut Polytechnique UniLaSalle, EA 7519 Transformations & AgroRessources, Rue Pierre Waguet,  
10 BP 30313, 60026 Beauvais Cedex, France

11 <sup>3</sup>Direction Innovation SIAAP – Service public pour l'assainissement francilien, 82 avenue Kléber 92  
12 700 Colombes, France

13 \* [thierry.ribeiro@unilasalle.fr](mailto:thierry.ribeiro@unilasalle.fr), 03 44 06 76 11

14

15 **CATEGORIE DE L'ARTICLE : *Retour d'expérience***

16 **FORMAT DE L'ARTICLE : *Article technique***

17

## 18 **Résumé**

19 Le but de cette étude est de concevoir et de valider un ensemble de réacteur et de compteur de gaz  
20 permettant d'étudier la méthanisation en voie sèche à l'échelle laboratoire. L'intérêt de cet ensemble est  
21 de permettre la mise en œuvre d'essais sur des substrats solides complexes, tels que des fumiers  
22 pailleux, tontes d'herbe et biodéchets, avec des quantités mises en jeu significatives, tout en préservant  
23 la structure et les caractéristiques physiques des substrats à étudier (pas de prétraitements préalables  
24 tels que broyage ou séchage). Il permet également d'agir sur les paramètres physiques clés, tel que la  
25 composition en substrats, l'immersion du massif et la recirculation de l'*inoculum*. Sa conception permet  
26 de réaliser deux types d'expériences : un suivi de production de méthane et une expérience de traçage  
27 au sein du massif solide. Le suivi de la production de méthane peut s'effectuer pour une composition  
28 en substrats donnée, pour laquelle l'immersion et les contraintes de recirculation sont déterminées. Cela  
29 permet des expériences d'optimisation de ces paramètres, notamment par les méthodes fournies par  
30 les plans d'expériences. Le traçage permettra quant à lui de déterminer le temps de séjour de la phase  
31 liquide au sein du massif solide. La création de cet ensemble a suivi un processus de conception  
32 classique : génération d'idées, sélection du produit, développement du produit puis tests et comparaison  
33 à la littérature. Les deux premières étapes de création ont été effectuées par une veille bibliographique  
34 puis par conception assistée par ordinateur à l'aide de l'outil AutoCAD®2020. L'ensemble ainsi créé a  
35 ensuite été construit en deux prototypes successifs afin de perfectionner sa mise en œuvre. Le modèle  
36 final a enfin été mis en œuvre en conditions réelles de méthanisation en voie sèche afin de valider son  
37 fonctionnement et de comparer les résultats obtenus à la littérature.

38 **Mots-clés** : Méthanisation en voie sèche, conception, CAO, réacteurs, échelle laboratoire, déchets  
39 solides

## 40 **Abstract**

41 The main objective of this study is to design a practical tool which allows studying the dry anaerobic  
42 digestion phenomenon at lab scale. The goal of such a tool is to permit dry anaerobic digestion tests  
43 implementation on complex dry substrates, as solid manure with long straw, damp grass and biowastes,  
44 with significant quantities, maintaining structure and physical characteristics of the used substrates  
45 (without initial preprocessing as crushing or drying). It permits as well to modify the key physical  
46 parameters, as the substrate composition, the solid matter immersion or the *inoculum* recirculation. The  
47 design allows realizing two kinds of experiments: a methane production monitoring or a tracing  
48 experiment inside the solid matter. The methane production monitoring may be made at different  
49 substrate compositions, each one with given immersion and recirculation constraints. This monitoring  
50 can permit optimizing each of those parameters. The tracing experiment permit to determine the liquid  
51 phase residence time inside the solid matter. This tool creation pursued a classical conception process:  
52 idea generation, product selection, product development then laboratory tests to compare it with  
53 literature. The first two creation steps have been performed by literature monitoring and by a computer-  
54 aided design with the AutoCAD®2020 tool. The product thus created was built in two successive  
55 prototypes to improve its implementation. The final model has been implemented in real dry anaerobic

56 digestion conditions to confirm its proper functioning and to be compared with the literature.

57 **Keywords:** Dry anaerobic digestion, design, CAD, reactors, lab scale, solid wastes

## 58 **Introduction**

59 La méthanisation, ou digestion anaérobie, est un procédé biologique consistant en la biodégradation  
60 d'un ou plusieurs substrats de nature organique, par un consortium microbien, pour produire du biogaz  
61 - majoritairement composé de méthane - et du digestat. Fin 2018, 18202 installations de production de  
62 biogaz étaient recensées en Europe [EBA, 2019]. L'Allemagne est le pays qui en possède le plus :  
63 11084 fin 2018, suivi de l'Italie avec 1655 unités, puis la France avec 837 unités de méthanisation [EBA,  
64 2019]. L'électricité générée en Europe par cogénération à partir du biogaz produit atteint 63,511 TWh  
65 fin 2018 [EBA, 2019], avec un rendement brut global de 80%. En France, en 2019, le biogaz converti  
66 en électricité représente 2,1 TWh, soit 31 kWh par habitant ; il provient pour 54 % des installations de  
67 stockage des déchets non-dangereux (ISDND), pour 5 % des stations d'épuration et pour 41 % des  
68 réacteurs agricoles [Ministère de la Transition écologique et solidaire, Ministère de la Cohésion des  
69 territoires et des relations avec les collectivités territoriales, 2020a]. Concernant le biométhane injecté  
70 dans le réseau de gaz naturel, il représente 22,78 TWh en Europe en 2018, avec un rendement brut  
71 global de 98 % [EBA, 2019]. En France, en 2019, il représente 1,2 TWh, soit 18 kWh par habitant et  
72 provient pour 6 % d'ISDND, 8 % des stations d'épuration et 86 % des réacteurs agricoles [Ministère de  
73 la Transition écologique et solidaire, Ministère de la Cohésion des territoires et des relations avec les  
74 collectivités territoriales, 2020b]. L'injection de biométhane en France ne concernait que 11 % du biogaz  
75 produit en 2017, mais ce débouché a connu une augmentation de 76 % en 2018 contre seulement 11  
76 % de croissance pour l'utilisation en cogénération [GRTgaz, 2019]. Ainsi l'objectif de la loi de transition  
77 énergétique pour la croissance verte du 17 août 2015 : « 10 % du gaz distribué par les réseaux français  
78 en 2030 sera du biométhane » apparaît plus que jamais réalisable avec une cible de 8 TWh de  
79 biométhane injecté en 2023 et 12 TWh en 2030. Le biogaz issu des matières agricoles représente 72  
80 % de la production d'électricité et de biométhane en Europe [EBA, 2019]. Cette filière est appelée à  
81 connaître un très fort essor ces prochaines années, notamment en raison de la disparition progressive  
82 du stockage en décharge des déchets organiques. L'engouement pour ce procédé s'explique par ses  
83 avantages : la production d'énergie renouvelable et rentable par le traitement des déchets  
84 fermentescibles tout en améliorant les performances environnementales. La méthanisation permet ainsi  
85 une double valorisation de la matière organique et de l'énergie, une diminution des émissions des gaz  
86 à effet de serre par substitution aux énergies fossiles ou engrais chimiques, et une diminution de la  
87 quantité de déchets à traiter par d'autres filières. Il existe deux sortes de méthanisation : la  
88 méthanisation en voie liquide et la méthanisation en voie sèche. Cette dernière s'opère généralement  
89 pour des substrats possédant plus de 15 % de matière sèche dans le réacteur [DE BAERE 1999 ; LI *et*  
90 *al.*, 2011 ; RAPOSO *et al.*, 2011 ; GE *et al.*, 2016 ; ANDRÉ *et al.*, 2018], ce qui est principalement le cas  
91 pour les déchets d'agriculture et les biodéchets. Différentes technologies de réacteurs existent pour  
92 chacune de ces variantes, mais la voie sèche, plus adaptée aux substrats à forte teneur en matière  
93 sèche, ne représente que 10 % des installations existantes [LA HAUTE-SAÔNE AGRICOLE ET  
94 RURALE, 2018]. Elle permet d'utiliser moins d'eau car les substrats en entrée ne sont pas dilués, et de

95 produire un digestat solide, plus facile à stocker. De par sa technologie qui est généralement  
96 discontinue, elle peut être également robuste et dépense moins d'énergie électrique par l'absence de  
97 matériel d'agitation [ADEME, 2015]. Toutefois, le procédé en voie sèche nécessite une manipulation  
98 délicate et un temps d'exploitation plus important, notamment pour charger les substrats et retirer le  
99 digestat dans le cas des procédés discontinus [ADEME, 2015]. Il présente également des  
100 problématiques différentes de celle de la voie liquide : hétérogénéité du massif solide, percolation de  
101 l'*inoculum* au sein du massif solide, et cinétique biologique plus sensible aux inhibitions à cause de la  
102 forte concentration en substrat. Les retours d'expériences ainsi que les nombreux articles scientifiques  
103 publiés montrent que les verrous opératoires du procédé de méthanisation en voie sèche liés à ces  
104 problématiques sont la composition en intrants, la proportion des intrants rapportée à la proportion en  
105 *inoculum*, l'immersion, les caractéristiques de l'écoulement de l'*inoculum* au sein du massif solide et les  
106 caractéristiques de recirculation de l'*inoculum* [EL-MASHAD *et al.*, 2006 ; KUSCH *et al.*, 2009 ;  
107 BENBELKACEM *et al.*, 2010 ; LE HYARIC *et al.*, 2012 ; SHAHRIARI *et al.*, 2012 ; ANDRÉ *et al.*, 2015 ;  
108 DEGUEURCE *et al.*, 2016 ; GE *et al.*, 2016 ; ANDRÉ *et al.*, 2018]. Cette étude s'inscrit dans le cadre  
109 d'un travail de thèse de doctorat dont le sujet est « l'approche systémique par modélisation et  
110 expérimentation des paramètres d'optimisation de la méthanisation en voie sèche », financé à parts  
111 égales par le programme de recherche MODélisation, Contrôle et Optimisation des Procédés  
112 d'Épuration des Eaux (MOCOPEE) et le Fonds Européen de Développement Régional (FEDER).  
113 L'objectif principal de ce travail de thèse est de proposer un outil d'aide à la décision et à la  
114 compréhension de la méthanisation en voie sèche. Pour cela, une approche systémique est utilisée et  
115 décompose cet objectif en trois sous-objectifs : l'optimisation des paramètres opératoires de la digestion  
116 anaérobie en voie sèche de plusieurs substrats (co-digestion), la caractérisation hydrodynamique du  
117 massif solide de codigestion au cours de la dégradation anaérobie et la création d'un modèle cinétique  
118 simple intégrant une hydrodynamique plus réaliste de la méthanisation en voie sèche. L'ensemble de  
119 ce travail nécessite un matériel adapté à l'étude de la méthanisation en voie sèche, permettant avant  
120 tout de pouvoir utiliser les substrats solides complexes (compacité, état fibreux, granulométrie grossière)  
121 en leur état originel en s'affranchissant de tout prétraitement préalable, de faire varier les conditions de  
122 recirculation de la phase liquide, l'immersion du massif solide, ainsi que d'effectuer des expériences de  
123 traçage tout en conservant les caractéristiques réelles des substrats étudiés. En fonction du paramètre  
124 opératoire étudié dans la littérature, différents réacteurs sont utilisés, avec des tailles allant de l'échelle  
125 laboratoire à l'échelle pilote [DEGUEURCE *et al.*, 2016 ; ANDRÉ *et al.*, 2019]. Il n'existe pas à ce jour  
126 de technologie permettant d'effectuer des essais en laboratoire concernant l'ensemble de ces  
127 paramètres pour la digestion anaérobie en voie sèche, dans des dimensions laboratoires pour un coût  
128 d'investissement faible. De plus, afin de pouvoir réaliser une étude de comparaison en voie sèche des  
129 différents paramètres opératoires critiques, il est nécessaire de pouvoir effectuer un grand nombre  
130 d'essais, de pouvoir adapter les conditions de composition, d'immersion et de recirculation de chaque  
131 expérience ainsi que de pouvoir caractériser l'écoulement au sein du massif de chaque expérience.  
132 L'ensemble répondant à une optimisation en termes de place et de budget. L'objectif de ce travail est  
133 donc de proposer un ensemble adaptable et réutilisable de réacteurs abordables. Ces réacteurs  
134 permettront de mettre en œuvre les substrats étudiés dans leurs conditions d'exploitation réelles et, en

135 travaillant à échelle intermédiaire entre l'échelle laboratoire et l'échelle semi-pilote, permettront l'étude  
136 des paramètres opératoires décisifs de la méthanisation en voie sèche.

137

## 138 **1. Conception des réacteurs et des compteurs de gaz**

### 139 **1.1. Élaboration du cahier des charges**

140 La gestion de ce projet a conduit à un ensemble d'étapes avant d'atteindre sa forme définitive. La  
141 première étape correspondant à la phase de génération d'idées/ « brainstorming », a eu pour but de  
142 dénombrer, de répertorier et de classer l'ensemble des contraintes à prendre en compte dans la création  
143 des réacteurs et des compteurs de biogaz ainsi que les solutions associées. La priorité a été donnée  
144 aux solutions aisées à mettre en œuvre. En s'appuyant sur la littérature scientifique [GUENDOZ *et al.*,  
145 2010 ; DEGUEURCE *et al.*, 2016 ; ANDRÉ *et al.*, 2019], les contraintes à associer au réacteur furent  
146 simples à dénombrer : une immersion du massif solide et des contraintes de recirculation réglables, une  
147 température maîtrisée au sein du réacteur, un réacteur transparent et adaptable à une expérience de  
148 suivi de production de méthane ou à une expérience de traçage. Les solutions retenues ont été d'utiliser  
149 un ensemble de grilles de rétention adaptables pour régler l'immersion, un système de recirculation  
150 externe par pompe péristaltique permettant d'adapter le nombre de pompes disponibles au nombre de  
151 réacteurs utilisés. Une double enveloppe avec un montage de recirculation de l'eau chaude en série  
152 par l'utilisation de thermoplongeurs est également utilisée. Le réacteur est entièrement démontable,  
153 constitué de plexiglas (PMMA) et polychlorure de vinyle (PVC), avec utilisation de disques de  
154 polystyrène extrudé (PSE) permettant d'adapter les entrée et sortie du réacteur à la nature de  
155 l'expérience. Concernant les compteurs de biogaz, les contraintes ont été d'utiliser un système  
156 mécanique à moindre coût permettant de compter le volume de biogaz produit en fonction du temps et  
157 d'assurer une autonomie du système de 3 jours afin de tenir un week-end entier sans intervention. La  
158 solution a été d'exploiter le principe du vase de Mariotte, relevant de la statique des fluides, et d'avoir  
159 une réserve d'eau suffisante pour pouvoir, par différence de niveau d'eau, compter le volume de biogaz  
160 produit. L'ensemble de ces solutions sont récapitulées dans le tableau 1.

### 161 **1.2. Conception et usinage des réacteurs et compteurs de gaz**

162 Une fois l'ensemble des solutions techniques définies, la seconde étape est la conception du produit.  
163 L'ensemble des caractéristiques du montage est déterminé par une justification rigoureuse. Le montage  
164 est alors conçu par modélisation numérique à l'aide du logiciel AutoCAD2019® puis un prototype est  
165 construit et testé afin de valider son bon fonctionnement, selon des objectifs d'optimisation de place et  
166 de coûts. L'ensemble des réacteurs et des bouteilles de comptage de gaz, appelés bouteilles de  
167 Mariotte, sont construits en PMMA. Ce matériau a été choisi, car il est l'optimal entre les caractéristiques  
168 physiques nécessaires et le prix d'usinage du matériau. En effet, le PMMA présente une résistance  
169 thermique suffisante aux expériences de méthanisation mésophiles (entre 35 et 40 °C) et sa  
170 transparence permet de voir l'évolution du massif solide au cours de la méthanisation. Les réacteurs  
171 sont de volume intermédiaire entre l'échelle laboratoire et semi-pilote, permettant un compromis entre

172 l'étude des substrats dans leurs conditions réelles et la place allouée. Les réacteurs sont cylindriques à  
 173 double enveloppe afin d'homogénéiser au maximum la chaleur échangée entre l'eau de recirculation et  
 174 l'intérieur du réacteur. Le volume interne des réacteurs a été déterminé en utilisant des dimensions  
 175 standardisées : un diamètre de 150 mm pour une hauteur de 150 mm soit un volume total de 2,65 L.  
 176 Un axe central en PMMA, de 10 mm de diamètre et dévissable, permet de fixer, à l'aide de bagues en  
 177 polyéthylène (PE), des grilles de rétention en acier inoxydable garantissant l'ajustement de l'immersion.  
 178 Un filetage de 0,635 cm (¼ pouce) a été réalisé en tête de réacteur afin d'y récupérer le biogaz et  
 179 l'envoyer dans la bouteille de Mariotte associée. Un filetage de 1,27 cm (½ pouce) a été réalisé en tête  
 180 et en pied de réacteur afin d'y fixer un tuyau assurant, à l'aide d'une pompe péristaltique, la recirculation  
 181 de *l'inoculum* au sein du réacteur. L'ensemble des caractéristiques est listée dans le tableau 2.  
 182 L'épaisseur de la double enveloppe a également été dimensionnée afin de permettre une chauffe  
 183 uniforme pour 5 réacteurs en série pour un seul thermosiphon. Pour cela, l'épaisseur de la double-  
 184 enveloppe a été fixée arbitrairement pour déterminer une valeur de vitesse utile de l'eau de chauffe et  
 185 donc un compromis entre un échange de chaleur efficace et une taille de réacteur plus importante.  
 186 L'épaisseur de la double enveloppe représente ainsi 4 cm d'épaisseur sur l'ensemble du réacteur. Des  
 187 expériences de vérification de ces paramètres ont été effectuées. Tout d'abord, la vérification de l'écart  
 188 de la température de l'eau de chauffe entre l'injection et le retour d'eau du thermoplongeur. Un écart de  
 189 0,2 °C a été mesuré sur quatre réacteurs, ce qui a été considéré comme négligeable. Ensuite, la  
 190 différence de température entre l'eau de chauffe et l'intérieur du réacteur a été mesurée : pour une  
 191 température d'entrée de 44 °C, la température au cœur du réacteur est de 38 °C à régime permanent,  
 192 6 h après la mise en route du thermoplongeur. L'écart de température entre le réacteur et l'eau de  
 193 chauffe est donc de 6 °C. Ces données permettent de valider le circuit de chauffe des réacteurs par  
 194 double enveloppe. De plus, il est alors possible d'estimer le coefficient d'échange de chaleur global K  
 195 ( $W.m^{-2}.K^{-1}$ ). Par définition, l'échange de chaleur entre l'eau de chauffe et le réacteur se note :

$$Q_E = KS\Delta T_{réac} \quad (1)$$

196 Avec  $Q_E$  la quantité de chaleur totale échangée ( $J.s^{-1}$ ), S la surface d'échange ( $m^2$ ), et  $\Delta T_{réac}$  (K) la  
 197 différence de température entre l'eau de chauffe et l'intérieur du réacteur. Or la quantité de chaleur  
 198 dépend directement du débit  $Q = 10 L.min^{-1}$  de l'eau de chauffe et de la perte de température de celle-  
 199 ci  $\Delta T_{eau}$  (K), soit :

$$Q_E = \frac{dm}{dt} C_{p,eau} \Delta T_{eau} = \rho Q C_{p,eau} \Delta T_{eau} \quad (2)$$

200 Avec  $\frac{dm}{dt}$  le débit massique de l'eau ( $kg.min^{-1}$ ),  $C_{p,eau}$  la capacité thermique massique de l'eau ( $J.kg^{-1}.K^{-1}$ ),  
 201 et  $\rho$  la masse volumique de l'eau de chauffe ( $kg.m^{-3}$ ). En injectant l'équation (2) dans la (1) et en  
 202 négligeant les pertes thermiques, l'équation (3) est obtenue :

$$K = \frac{\rho Q C_{p,eau} \Delta T_{eau}}{S \Delta T_{réac}} \quad (3)$$

203 Le coefficient d'échange de chaleur global est donc de  $326 \text{ J.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ . L'épaisseur des parois de plexiglas  
204 étant standard, de 0,5 cm, et le coefficient de conductivité thermique associé étant de  $0,18 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ .  
205 L'étanchéité a été testée de même pour chaque réacteur. Les couvercles du réacteur sont vissés sur le  
206 corps de celui-ci et un ensemble de 2 joints toriques concentriques assure l'étanchéité de chaque  
207 couvercle. La pression au sein du réacteur est alors imposée à 15 mbar et celle-ci est suivie dans le  
208 temps sur 15 minutes. Le réacteur est considéré comme étanche si la pression ne varie pas.

209 Concernant les bouteilles de Mariotte, le volume de chaque bouteille est de 5 L, permettant d'assurer  
210 une autonomie de 2 jours pour une référence de production moyenne de 250 g de fumier bovin frais :  
211 la littérature fournit des données de potentiel de production dépendant de la fraction de matière  
212 organique (MO), entre  $114 \text{ NL.kg}_{\text{MO}}^{-1}$  et  $215 \text{ NL.kg}_{\text{MO}}^{-1}$  [HALL *et al.*, 1985 ; DEGUEURCE *et al.*, 2016 ;  
213 RIGGIO *et al.*, 2017] et une moyenne de  $152 \text{ NL.kg}_{\text{MO}}^{-1}$  par jour, ce qui représente 2,0 NL par jour. Elles  
214 sont de forme parallélépipédique afin de diminuer la place nécessaire et gravées avec une graduation  
215 d'une précision de 20 mL. Leur principe d'utilisation repose sur un comptage de gaz par différence de  
216 volume utilisant la statique des fluides. La viscosité de l'eau contenue dans les bouteilles est négligée  
217 pour utiliser directement l'équation d'Euler :

$$\rho \frac{\partial V}{\partial t} + \rho(v \cdot \nabla)v = \rho g - \nabla P \quad (4)$$

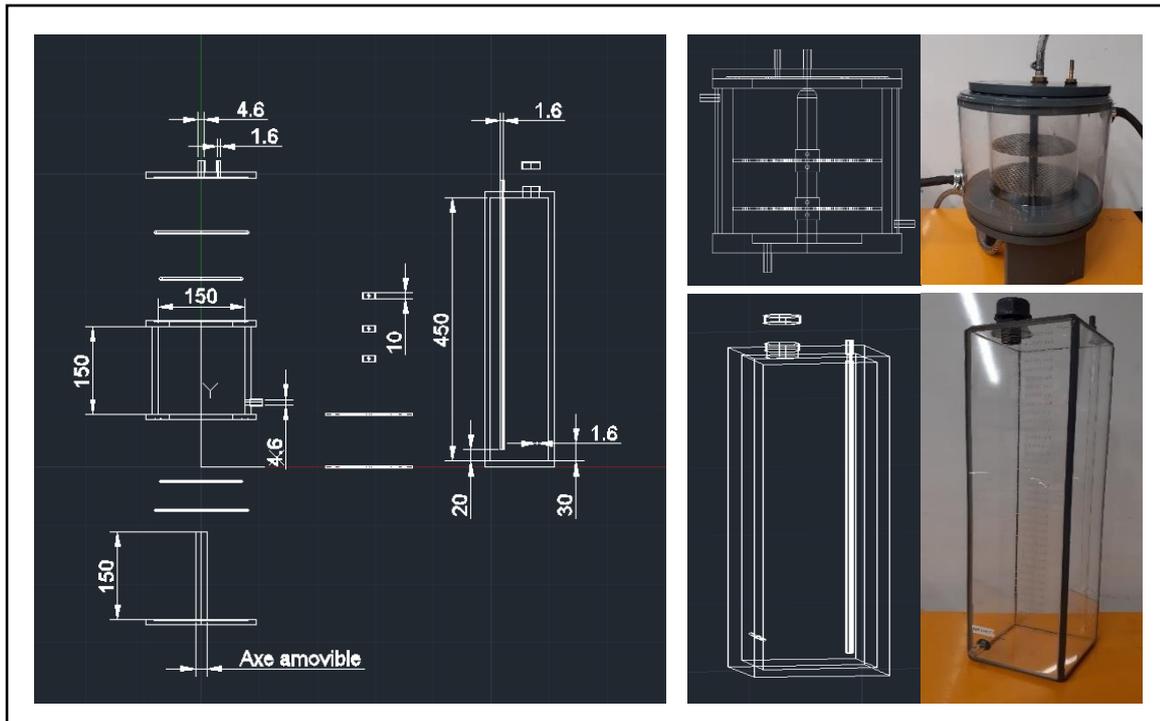
218 Dans cette équation,  $\rho$  représente la masse volumique du fluide ( $\text{kg.m}^{-3}$ ),  $V$  le volume du fluide ( $\text{m}^3$ ),  $v$   
219 la vitesse du fluide ( $\text{m.s}^{-1}$ ),  $g$  la constante gravitationnelle ( $\text{m.s}^{-2}$ ) et  $P$  la pression exercée (en Pa). En  
220 régime stationnaire et en intégrant cette précédente équation sur une même ligne de courant, l'équation  
221 d'Euler devient le théorème de Bernoulli représentant la conservation de l'énergie totale :

$$P + \frac{1}{2}\rho v^2 + \rho g z = \text{constante} \quad (5)$$

222 Avec  $z$  la hauteur considérée (en m). Si l'hypothèse que dans notre bouteille, la section d'écoulement  
223 de l'eau est négligeable devant la surface libre de l'eau est faite, donc  $S \gg s$  et cela abouti à la relation  
224 de Torricelli :

$$Q = s\sqrt{2g\Delta H} \quad (6)$$

225 avec  $H$  la hauteur entre la surface libre de l'eau et la sortie d'eau (figure 1).



**Figure 1: Schémas de conception réalisés en CAO et photographies des réacteurs et bouteilles de Mariotte**

226

227

228 Le débit dépend donc directement de la hauteur d'eau dans le cas de la vidange d'un réservoir. Dans  
 229 le cas des bouteilles de Mariotte, l'arrivée de biogaz est à une hauteur fixée tandis que le reste de la  
 230 bouteille est étanche. Cela impose une différence de hauteur entre l'entrée de biogaz et la sortie d'eau  
 231 constante, et donc un débit d'écoulement constant (figure 1). De plus, le niveau d'injection du biogaz  
 232 étant inférieur de 1 cm à celui de la sortie d'eau, l'eau ne s'écoule que si du biogaz est injecté dans la  
 233 bouteille et cela impose une surpression de 5 mbar au sein du réacteur. La solution des bouteilles de  
 234 Mariotte a donc un double avantage : compter le volume de biogaz produit tout en assurant une  
 235 surpression constante au sein du réacteur. Si jamais la pression devient trop forte dans le réacteur, les  
 236 bouteilles de Mariotte jouent aussi un rôle de soupape de sécurité. Enfin, la section de sortie de l'eau  
 237 doit être inférieure à une dimension limite au-dessus de laquelle l'air extérieur entre dans la bouteille et  
 238 entraîne l'écoulement de l'eau. Cette section limite représente l'équilibre entre la tension superficielle  
 239 de l'eau et la pression atmosphérique. La relation (7), obtenue à partir du théorème de Bernoulli,  
 240 représente cet équilibre :

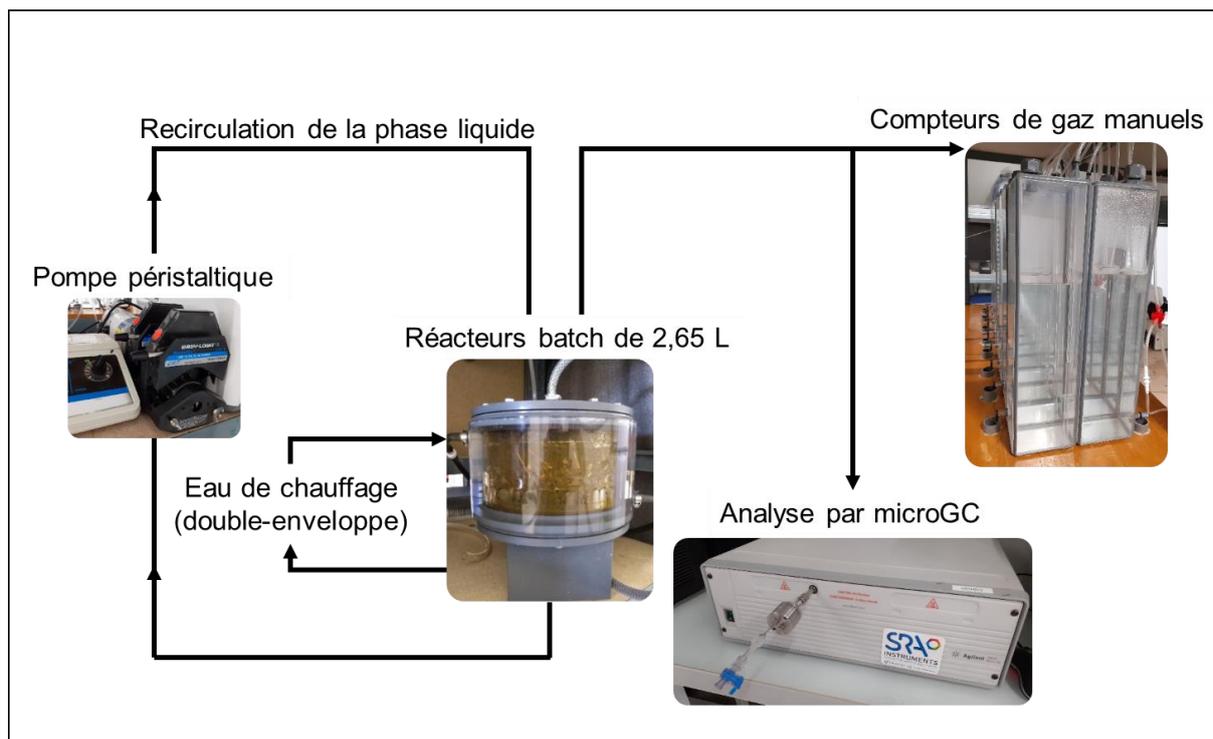
$$s_{max} = \frac{4\pi A^2}{(\rho g H - P)^2} \quad (7)$$

241 où A représente la densité d'énergie de surface du liquide,  $72,75 \cdot 10^{-3} \text{ N}\cdot\text{m}^{-1}$  pour l'eau à  $20^\circ\text{C}$ . Les  
 242 réalisations par conception assistée par ordinateur jusqu'au modèle final du montage sont illustrées en  
 243 figure 1. Les bouteilles de Mariotte ont alors été testées en vérifiant le maintien de la tension superficielle  
 244 de la sortie d'eau, et l'équivalence entre le volume de gaz injecté et le volume d'eau éjecté.

245 Une fois les technologies du réacteur et du compteur de gaz validées, un comparatif a été effectué sur  
246 les coûts et la place allouée à un ensemble de 16 réacteurs et leurs bouteilles de Mariotte associées.  
247 Ce montage comprend également une pompe péristaltique à double tête de recirculation, 3  
248 thermoplongeurs assurant la chauffe des réacteurs et la tuyauterie associée. Le coût d'investissement  
249 (ou de fabrication et investissement) hors taxe de l'installation revient à environ 16 000 € soit 1 000 €  
250 HT par voie tout équipée constituée d'un réacteur et d'un compteur de gaz associé. L'ensemble du  
251 montage est disposé sur une étagère de 1,20 m de large sur 0,50 m d'épaisseur, pour laquelle une  
252 tablette a été renforcée pour assurer une résistance suffisante à la charge massique appliquée avec  
253 l'ensemble des 15 compteurs de gaz (15 x 5 L soit 75 L). Cette approche est très concurrentielle en  
254 termes de prix avec ce qui existe sur le marché concernant les appareils ou dispositifs expérimentaux  
255 proposés sur le marché concernant les systèmes de production et de mesure de biogaz à l'échelle  
256 laboratoire. Cela est majoritairement dû à une utilisation des dimensions standards pour la conception  
257 du matériel, et l'utilisation de matériel à utilisation manuelle. La consommation énergétique du procédé  
258 est très faible, car le procédé étant constitué uniquement d'une pompe et de réacteurs batch, les seules  
259 consommations sont de nature électrique et concernent la pompe (dont la consommation dépend de  
260 l'usage) et le chauffage de l'eau par les thermoplongeurs. Ainsi, un montage bien isolé thermiquement  
261 ne consomme que très peu d'énergie.

### 262 **1.3. Méthodologie expérimentale de validation**

263 Trois expériences pour tester et valider le système développé ont été menées : une première avec le  
264 premier prototype construit afin de valider la construction de plusieurs réacteurs et compteurs de  
265 biogaz ; une seconde pour vérifier la répétabilité des résultats et relier les bilans de masse associés. La  
266 troisième et dernière expérience a été menée pour valider l'utilisation de ces réacteurs pour déterminer  
267 la distribution des temps de séjour. Les montages expérimentaux sont illustrés en figure 2. La première  
268 expérience menée sur le prototype a permis de vérifier et valider le bon fonctionnement du système  
269 développé, ainsi que de fournir la liste des modifications à réaliser pour améliorer/perfectionner le  
270 système final. Ces améliorations sont de privilégier les doubles enveloppes aux bains-marie pour un  
271 gain de place et une facilité d'utilisation pour un grand nombre de réacteurs, utiliser des axes centraux  
272 amovibles pour les réacteurs pour adapter les réacteurs à une expérience de suivi de production comme  
273 une expérience de détermination des temps de séjour, et confirmer les diamètres des tuyaux utilisés et  
274 le sens des graduations pour les bouteilles de Mariotte. La seconde expérience consiste à lancer  
275 plusieurs réacteurs en parallèle dans des conditions opératoires similaires. Les conditions choisies sont  
276 une immersion du massif solide à 50 %, une recirculation de l'*inoculum* à 0,64 L.min<sup>-1</sup>, une minute par  
277 jour. Le massif solide est composé d'un mélange constitué à 30 % en matière organique (MO) de tonte  
278 d'herbe et 70 % en matière organique de fumier bovin, ce qui représente 86 % massiques de fumier  
279 bovin pour 14 % de tonte d'herbe, afin de pouvoir par la suite comparer les résultats obtenus à la  
280 littérature [ANDRÉ *et al.*, 2019]. L'*inoculum* représente 1 litre ce qui donne un ratio I/S de 0,56. Cinq  
281 réacteurs ont été lancés en parallèle pour déterminer la répétabilité de la production de méthane et le  
282 respect du bilan de masse.



283

284 **Figure 2 : Schéma global de mise en place de l'expérience de suivi de production de méthane**

285 La dernière expérience a été mise en œuvre en enlevant l'axe central amovible et en ajoutant les  
 286 disques de PSE afin d'adapter le montage aux expériences de traçage. Le réacteur est alors considéré  
 287 comme une colonne d'étude. Le protocole suivi est tiré de la littérature [ANDRÉ *et al.*, 2015]. Une fois  
 288 le massif solide mis en place et la colonne fermée, elle est alors saturée avec de l'eau de lavage de bas  
 289 en haut en utilisant une pompe péristaltique (Masterflex, USA) à une vitesse darcienne de 1,6 L.min<sup>-1</sup>  
 290 afin de chasser les bulles d'air présentes et de respecter la vitesse de pores du massif. La vitesse  
 291 darcienne est déterminée par un calcul de la perméabilité du substrat utilisé. Toutefois pour cette  
 292 expérience, la valeur de la vitesse darcienne a été tirée de la littérature [ANDRÉ *et al.*, 2015]. Un  
 293 conductimètre (Mettler Toledo, Suisse) permet de mesurer la conductivité du liquide en sortie du  
 294 dispositif expérimental mis en place de manière continue. L'eau de réseau est alors utilisée afin de laver  
 295 le massif solide à un débit de 0,82 L.min<sup>-1</sup> pendant une durée de 30 minutes, pour lui retirer tous les  
 296 ions provoquant un biais sur la mesure de conductivité. Un traceur adapté aux substrats étudiés (inerte  
 297 et non absorbable) est utilisé lorsque la conductivité de l'eau de lavage devient fixe (environ 690 μS.cm<sup>-1</sup>).  
 298 Le traceur utilisé est du chlorure de sodium (NaCl) à 0,1 mol.L<sup>-1</sup> représentant une conductivité de  
 299 11560 μS.cm<sup>-1</sup>. Le NaCl est utilisé, car il est considéré usuellement dans la littérature [ANDRÉ *et al.*,  
 300 2015]. Toutefois d'autres traceurs sont susceptibles d'être utilisés pour le fumier, tel que le bromure de  
 301 potassium (KBr) [WOODMAN *et al.*, 2015]. Un volume de traceur de 450 mL est ensuite injecté pendant  
 302 33 secondes, selon le protocole mis au point, validé et habituellement mis en œuvre dans des  
 303 expériences réalisées antérieurement au laboratoire [ANDRÉ *et al.*, 2015]. De l'eau de lavage est  
 304 ensuite utilisée pour rincer la colonne et la conductivité du liquide en sortie et le volume injecté sont  
 305 alors respectivement comptabilisé et mesuré jusqu'à ce que la valeur de conductivité après lavage  
 306 revienne à sa valeur initiale au début de l'expérience. Les relevés de mesure de conductivité et de

307 volume injecté permettent de déterminer la distribution des temps de séjour. La détermination des  
308 moments d'ordre zéro et d'ordre 1 permet d'estimer le bilan matière du traceur et le temps de séjour  
309 moyen du traceur et donc de l'*inoculum* au sein du massif. Les équations des moments sont données  
310 par l'équation 8.

$$\mu_0 = \int_0^{+\infty} \frac{C(t)}{C_0} dt, \mu_1 = \int_0^{+\infty} t \frac{C(t)}{C_0} dt \quad (8)$$

#### 311 1.4. Caractéristiques des substrats et de l'*inoculum* employés pour la validation

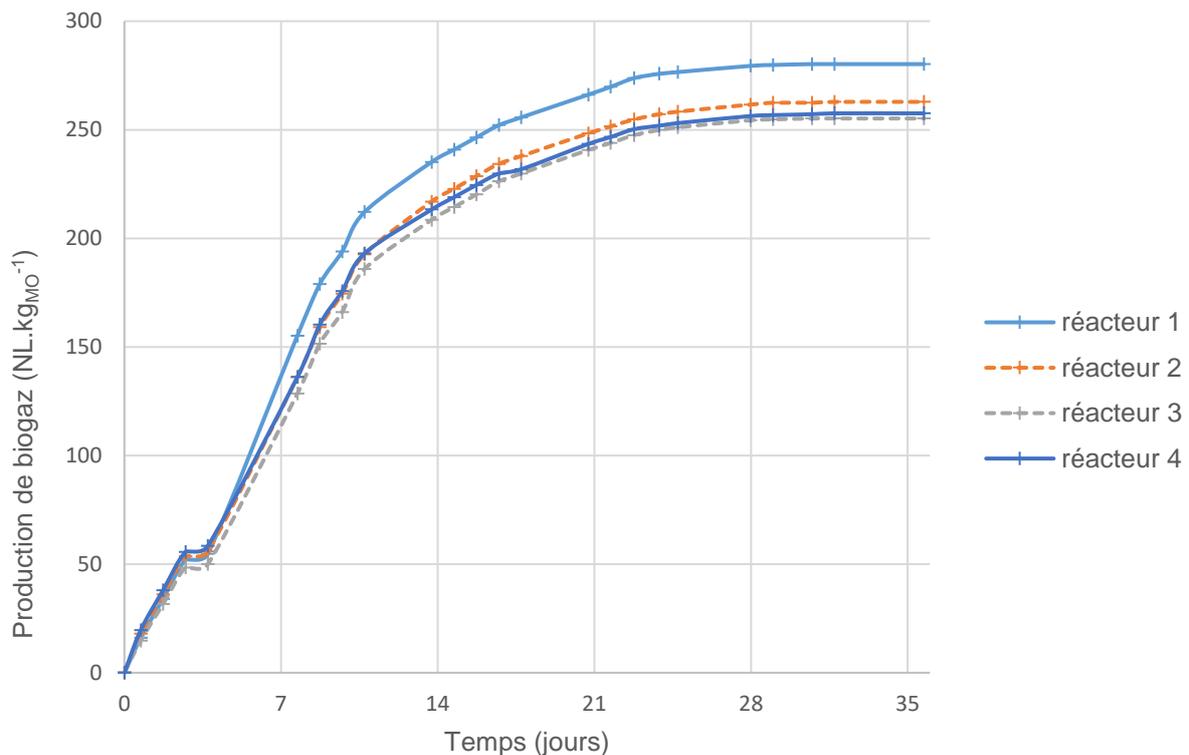
312 Les caractéristiques des substrats et de l'*inoculum* sont répertoriées dans le tableau 3. L'*inoculum* choisi  
313 est le lisier bovin. Le fumier bovin et la tonte d'herbe ont été choisis comme substrats du fait de leur  
314 taux de matière sèche, qui en font de parfaits candidats de la méthanisation en voie sèche. Le lisier  
315 bovin et le fumier bovin proviennent de la ferme du bois, de l'institut UniLasalle à Beauvais (60). La  
316 tonte d'herbe provient d'un jardin domestique en région parisienne (78). De plus, ces substrats sont  
317 représentatifs des problèmes liés à la méthanisation en voie sèche : risque d'inhibition lors de l'étape  
318 d'acidification et problèmes de percolation de la phase liquide [DEGUEURCE *et al.*, 2016 ; ANDRÉ *et*  
319 *al.*, 2019]. Le pourcentage massique de matière sèche (MS) et de matière organique (MO) a donc été  
320 déterminé sur les substrats et l'*inoculum* étudiés. Pour cela, des échantillons ont été placés à 105 °C  
321 pendant 12 h pour obtenir le pourcentage total de masse sèche, puis à 500 °C pendant 4 h pour obtenir  
322 le pourcentage total de matière organique [APHA, 1998 ; AFNOR NF U44-160, 1985]. Le pH des  
323 substrats et de l'*inoculum* a également été mesuré ainsi que la détermination de la teneur en acides  
324 gras volatils (FOS ou AGV en français) et la capacité tampon du lisier (TAC) à travers la mesure du  
325 FOS/TAC afin de connaître le risque d'acidification du procédé. La détermination du FOS/TAC est  
326 effectuée à l'aide du titrage de l'*inoculum* par de l'acide sulfurique après centrifugation. Enfin, l'intérêt  
327 de la conception de ces réacteurs est de pouvoir étudier la digestion d'un mélange de plusieurs  
328 substrats dans leurs conditions réelles d'utilisation, car il est rare qu'une unité de méthanisation ne traite  
329 qu'un seul substrat. Les tests de répétabilité ont donc été effectués à une composition donnée de tonte  
330 d'herbe et de fumier bovin. Cette composition a été déterminée d'après la littérature [ANDRÉ *et al.*,  
331 2019] pour obtenir un compromis entre le risque d'acidification de la tonte d'herbe et le pouvoir tampon  
332 du fumier bovin, soit 30 % en matière organique de tonte d'herbe pour 70 % en matière organique pour  
333 le fumier bovin.

## 334 2. Validation et discussion des réacteurs et compteurs de gaz

### 335 2.1. Résultats de l'étude de répétabilité et des bilans de masse

336 L'étude de répétabilité a été menée sur quatre réacteurs dans des conditions similaires de mise en  
337 œuvre (figure 3 et figure 4). Chaque réacteur a ainsi été relié à une bouteille de Mariotte permettant de  
338 compter le volume de biogaz produit en fonction du temps (figure 1). Chaque jour, le volume produit est  
339 relevé par lecture différentielle, et l'ensemble des bouteilles de Mariotte est rempli de nouveau. En  
340 parallèle de cela, un prélèvement de biogaz d'un volume de 10 mL est récupéré chaque jour et analysé

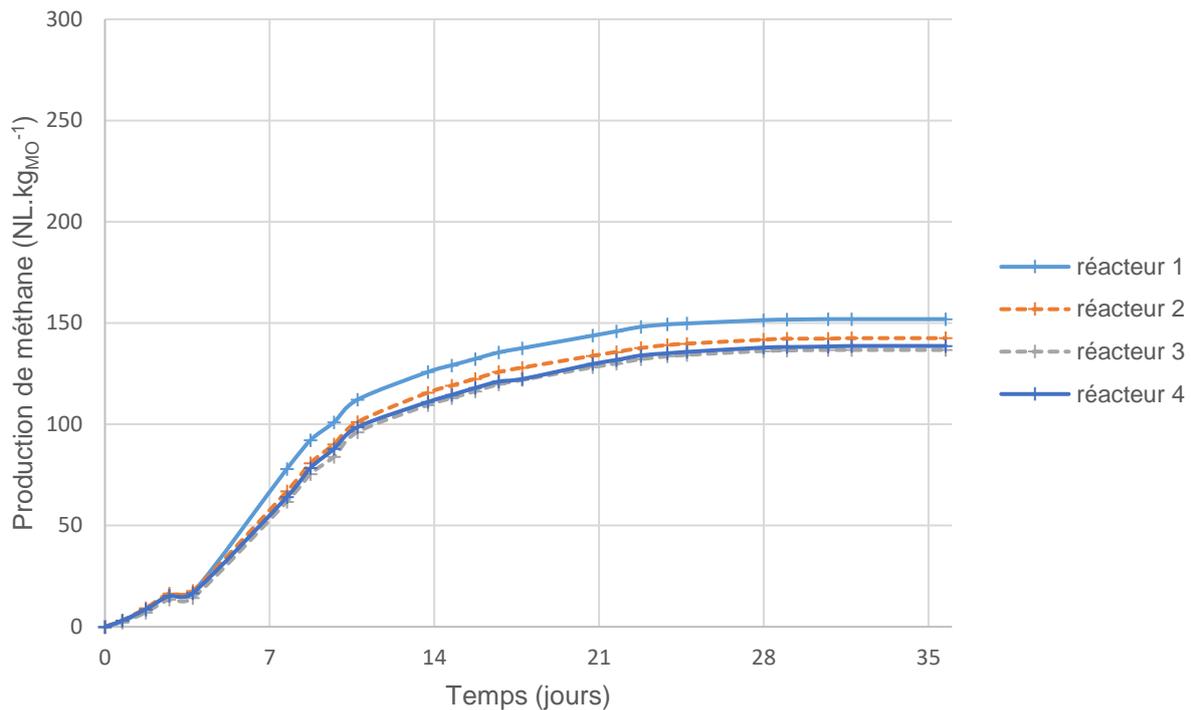
341 par chromatographie en phase gaz (microGC, SRA Agilent). La composition et le volume de production  
342 permettant de remonter à la quantité de méthane produit en fonction du temps. Enfin, un thermomètre  
343 externe permet, à partir de la température de stockage du biogaz, de normaliser la production de  
344 méthane. Une pompe péristaltique permet une recirculation journalière d'un volume représentant 2/3  
345 de l'*inoculum* présent d'après DEGUEURCE et coll. [2016], soit 0,64 L par jour. La production cumulée  
346 de méthane est alors suivie sur une période de 36 jours, jusqu'à ce que la production quotidienne de  
347 méthane atteigne une variation inférieure à 1 % du volume déjà produit pour chaque réacteur comme  
348 recommandé par Holliger et al. (2016). Les courbes associées sont représentées en figure 3 pour la  
349 production de biogaz et en figure 4 pour la production de méthane. Un calcul du coefficient de variation  
350 pour l'ensemble des points obtenus est effectué. L'évolution de la variation de production entre les  
351 réacteurs permet de voir une forte hétérogénéité en début d'expérience, probablement liée à la  
352 sensibilité de production de si faibles volumes de substrats. La production de méthane se stabilise  
353 rapidement par la suite et les résultats s'homogénéisent rapidement. Un écart subsiste entre les  
354 réacteurs représentant une variation moyenne de 4,75 % de méthane produit.



355

356

**Figure 3: Production de biogaz de chaque réacteur test au cours du temps**



357  
358 **Figure 4: Production de méthane de chaque réacteur test au cours du temps**

359

360

361 Afin d'être le plus précis possible, les bilans de masse ont été effectués en prenant en compte la fraction  
362 de biogaz produit, ainsi l'équation des bilans de masse est la suivante :

$$(\text{Substrats} + \text{Inoculum})_{\text{initial}} = (\text{Substrats} + \text{Inoculum})_{\text{final}} + \text{Biogaz produit} \quad (9)$$

363 Afin d'obtenir la masse de biogaz produit totale, la loi des gaz parfaits a été intégrée sur l'ensemble de  
364 la période de production. Le développement est représenté ci-après :

$$PQ(t) = F(t)RT(t) \quad (10)$$

365 Avec P la pression du gaz (Pa), Q le débit volumique du gaz ( $\text{m}^3.\text{s}^{-1}$ ), F le débit molaire du gaz ( $\text{mol}.\text{s}^{-1}$ )  
366  $^1$ ), R la constante des gaz parfaits ( $8,314 \text{ J}.\text{mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) et T la température (K). En décomposant le débit  
367 molaire en un débit massique  $dm/dt$  divisé par une masse molaire M ( $\text{kg}.\text{mol}^{-1}$ ), l'équation (10) devient  
368 (11). La masse de biogaz produite sur l'ensemble des 36 jours est alors déterminée entre le temps initial  
369  $t_0$  et le temps final  $t_f$  d'expérience.

$$\int_{m_0}^{m_f} dm = \frac{P}{R} \int_{t_0}^{t_f} \frac{M(t)Q(t)}{T(t)} dt \quad (11)$$

370 Effectué sur l'ensemble des réacteurs, le bilan de masse fournit les résultats du tableau 4. Les écarts

371 obtenus vont de 1,23 % à 3,19 %. Ces résultats sont tout à fait convenables comparés à la littérature  
372 [CRESSON *et al.*, 2015]. Ces écarts sont probablement dus aux erreurs expérimentales de mesure.

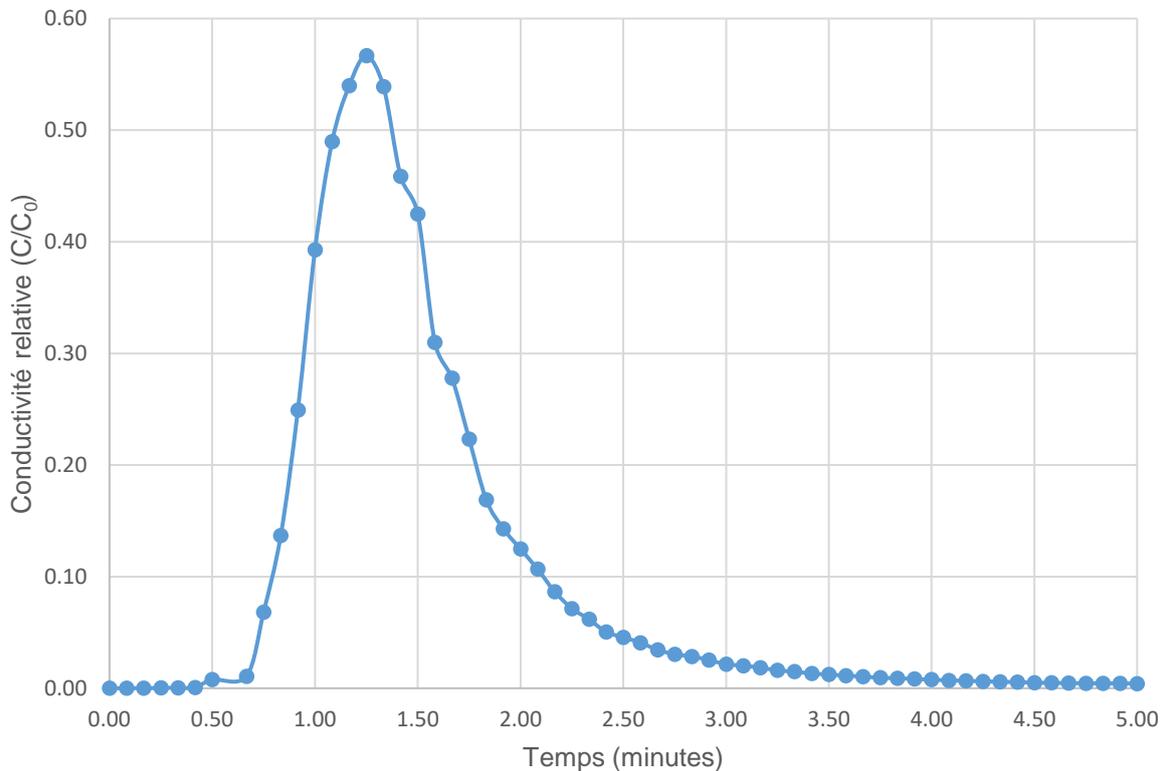
## 373 **2.2. Performances des réacteurs utilisés**

374 Après 36 jours de méthanisation, la production totale de méthane pour chaque réacteur a atteint entre  
375 6,37 et 7,08 normaux litres ce qui représente entre 137 et 152 NL.kg<sub>MO</sub><sup>-1</sup> (figure 4). Ces résultats sont  
376 cohérents avec les chiffres fournis par littérature [ANDRÉ *et al.*, 2019 ; ADEME, 2013]. Enfin, le pH a  
377 été mesuré en début et fin d'expérimentation. Le pH en début d'expérience est de 8,0 ± 0,1 dans  
378 l'*inoculum* et de 7,9 ± 0,1 en fin d'expérience. Le pH de la tonte d'herbe en début d'expérience était de  
379 5,8 ± 0,1 et celui du fumier bovin de 8,7 ± 0,1. La tonte d'herbe présente un pH pouvant entraîner des  
380 inhibitions. La présence d'un palier de production le troisième de l'expérience est remarquable : il s'agit  
381 de l'étape d'acidification séparant les deux pics de production de méthane. Seuls le méthane, le dioxyde  
382 de carbone, le dihydrogène et l'azote ont été pris en compte, les autres composés étant supposés en  
383 quantités négligeables. L'azote est présent en début de méthanisation puis s'estompe, chassé par la  
384 production de biogaz. Le même phénomène se réalise pour le dihydrogène. Il faut attendre entre 3 et 4  
385 jours pour éliminer tout l'azote au sein du réacteur. Une petite fraction subsiste lors des prises de mesure  
386 de la composition : elle est due au protocole de prélèvement du biogaz. En effet, le biogaz est prélevé  
387 à la seringue en sortie du réacteur pour être ensuite injecté dans la chromatographie en phase gaz  
388 (microGC, SRAgilent).. Ceci induit un court instant où, par dépression, l'air peut pénétrer en très faible  
389 quantité dans la seringue et induire une erreur expérimentale. Or l'air étant composé à 78 % d'azote,  
390 les résultats permettent de considérer cette quantité négligeable devant le reste de l'échantillon : environ  
391 1,28 % d'impuretés.

## 392 **2.3. Résultats des expériences de traçage**

393 La détermination du temps de séjour de la phase liquide au sein du massif solide est déterminée par  
394 des expériences de traçage. Ces expériences donnent des courbes d'élution reliant le rapport entre la  
395 conductivité mesurée C, le temps d'expérience et la conductivité du traceur utilisé C<sub>0</sub>, en fonction du  
396 rapport entre le volume de rinçage utilisé et le volume total utilisé (figure 5). Le calcul de la surface sous  
397 la courbe permet de déterminer les moments d'ordre zéro et d'ordre un, permettant d'accéder au temps  
398 de séjour moyen du réacteur pour un massif solide donné ainsi que de vérifier la conservation du bilan  
399 matière sur le traceur. Les résultats sont obtenus sur un massif de fumier bovin frais à une porosité  
400 imposée de 93 %, déterminée expérimentalement au préalable. Le temps de séjour moyen obtenu est  
401 de 39 secondes pour un bilan matière respecté à 91,3 % sur le traceur. Ces résultats confirment que  
402 même pour un massif solide tassé comprenant des problèmes de percolation, les dimensions du

403 réacteur permettent des caractérisations de la percolation du massif solide rapides et reproductibles.



404

405 **Figure 5: Courbe d'éluion du traceur au sein du massif solide pour la détermination du temps**  
406 **de séjour moyen**

#### 407 **Conclusion**

408 L'ensemble de la démarche proposée a permis de concevoir et de fabriquer un ensemble de réacteurs  
409 et compteurs de gaz pour l'étude de la méthanisation en voie sèche à l'échelle laboratoire, conservant  
410 les conditions réelles d'utilisation des substrats. Les paramètres physiques clés de la méthanisation en  
411 voie sèche, que sont les caractéristiques de recirculation et d'immersion sont réglables. Il est également  
412 possible d'effectuer des expériences de traçage afin d'étudier les caractéristiques de l'écoulement de  
413 l'*inoculum* au sein du massif solide. Les tests de répétabilité ont présenté des résultats intéressants  
414 avec une erreur expérimentale de 4,75 %. Le bilan matière a été respecté avec un écart maximum de  
415 3,5 %, fortement lié à l'erreur expérimentale. Le montage constitué des réacteurs et des bouteilles de  
416 Mariotte constitue un ensemble permettant de réaliser des études fiables sur la méthanisation en voie  
417 sèche à petite échelle, respectant un optimum de place et de budget tout en conservant les propriétés  
418 des substrats intacts. Il permet également de faire varier l'immersion et d'agir sur la recirculation de  
419 l'*inoculum*, et d'étudier la distribution des temps de séjour au sein du massif. Cet ensemble est donc  
420 pratique pour des études portant sur l'optimisation des compositions ou des paramètres opératoires,  
421 ainsi que pour des études liées à l'hydrodynamique au sein du massif solide.

#### 422 **Remerciements**

423 Les auteurs tiennent à remercier le Fonds Européen de Développement Régional (FEDER) et le  
424 programme de recherche MOdélisation, Contrôle et Optimisation des Procédés d'Épuration des Eaux  
425 (MOCOPEE) pour le soutien financier accordé à ce travail de thèse. Nous remercions également  
426 l'entreprise plasturgiste Concept Plast (60430 Villers-Sous-Saint-Leu) qui a conçu les réacteurs conçus  
427 et décrits dans cet article.

## 428 **Bibliographie**

429 ADEME (2013): *Bilan National des projets biogaz*. pp. 1–60.

430 ADEME (2015) : *La méthanisation agricole en voie sèche discontinue*. pp. 1–12 »

431 AFNOR (1985) : *Matières fertilisantes et supports de cultures: échantillonnage, analyses chimiques et*  
432 *essais physico-chimiques. Amendements organiques et support de culture – Détermination de la*  
433 *matière organique totale – Méthode par calcination*. NF U44–161, Paris, p. 4.

434 ANDRÉ L., DURANTE M., PAUSS A., LESPINARD O., RIBEIRO T., LAMY E. (2015): « Quantifying  
435 physical structure changes and non-uniform water flow in cattle manure during dry anaerobic digestion  
436 process at lab scale: Implication for biogas production» *Bioresource Technology*; 192 : 660-669.

437 ANDRÉ L., PAUSS A., RIBEIRO T. (2018): « Solid anaerobic digestion : state-of-art, scientific and  
438 technological hurdles » *Bioresource Technology*; 247: 1027-1037.

439 ANDRÉ L., ZDANEVITCH I., PINEAU C., LENCAUCHEZ J., DAMIANO A., PAUSS A., RIBEIRO T.  
440 (2019): « Dry anaerobic co-digestion of roadside grass and cattle manure at a 60 L batch pilot scale»  
441 *Bioresource Technology*; 289 : 121737.

442 APHA (1998) : *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. American Public Health  
443 Association, 20th ed. American water works association and water environment federation, Washington,  
444 USA.

445 BENBELKACEM H., BAYARD R., ABDELHAY A., ZHANG Y., GOURDON R., (2010): « Effect of leachate  
446 injection modes on municipal solid waste degradation in anaerobic bioreactor » *Bioresource Technology*;  
447 101: 5206-5212.

448 CRESSON R., POMMIER S., BELINE F., BOUCHEZ T., MAZEAS L., BUFFIERE P., BOUGRIER C.,  
449 CACHO J., CAMACHO P., ROUEZ M, PAUSS A., POUJEC P., RIBEIRO T., TORRIJOE M. (2015):  
450 *Results from a French inter-laboratory campaign on the biological methane potential of solid substrates*  
451 In: 14th World congress on anaerobic digestion, 15–18<sup>th</sup> November, Viña del mar, Chile.

452 DE BAERE L. (1999) : *Anaerobic digestion of solid waste : state-of-the-art* in second Int. Symp. on  
453 Anaerobic digestion of solid waste, 15-17<sup>th</sup> June, vol.1, pp. 290-299, Int. Assoc. Wat. Qual. Barcelona,  
454 Spain.

455 DEGUEURCE A., TREMIER A., PEU P. (2016): « Dynamic effect of leachate recirculation on batch  
456 mode solid state anaerobic digestion: Influence of recirculated volume, leachate to substrate ratio and  
457 recirculation periodicity» *Bioresource Technology*; 216 : 553-561.

458 EBA (2019): *Annual Statistical Report of the European Biogas Association – European Overview 2019*.

459 EL-MASHAD H.M., VAN LOON W.K.P., ZEEMAN G., BOT G.P.A., LETTINGA, G. (2006): « Effect of  
460 *inoculum* addition modes and leachate recirculation on anaerobic digestion of solid cattle manure in an  
461 accumulation system » *Biosystem Engineering*; 95 : 245-254.

462 GE X., XU F., LI Y. (2016): « Solid-state anaerobic digestion of lignocellulosic biomass: Recent progress  
463 and perspectives» *Bioresource Technology*; 205 : 239-249.

464 GRTgaz (2019) : *Panorama du gaz renouvelable en 2018* (consultation le 28 mars 2020). Disponible en  
465 ligne : <http://www.grtgaz.com/fileadmin/plaquettes/fr/2019/Panorama-du-gaz-renouvelable-2018.pdf>

466 GUENDOOUZ J., BUFFIERE P., CACHO J., CARRÈRE M., DELGENES J.-P. (2010) : « Dry anaerobic  
467 digestion in batch mode: Design and operation of a laboratory-scale, completely mixed reactor» *Waste*  
468 *Management* ; 30 : 1768-1771.

469 HALL S.J., HAWKES D.L. (1985) : « Mesophilic anaerobic digestion of high solids cattle waste in a  
470 packed bed digester» *Journal of Agricultural Engineering Research* 32 : 153-162

471 HOLLIGER C., ALVES M., ANDRADE D., ANGELIDAKI I., ASTALS S., BAIER U., BOUGRIER C.,  
472 BUFFIERE P., CARBALLA M., DE WILDE V., EBERTSEDER F., FERNANDEZ B., FICARA E., FOTIDIS  
473 I., FRIGON J.C., FRUTEAU DE LACLOS, H., GHASIMI D.S.M., HACK G., HARTEL M.,  
474 HEERENKLAGE J., SARVARI HORVATH I., JENICEK P., KOCH K., KRAUTWALD J., LIZASOAIN J.,  
475 LIU J., MOSBERGER L., NISTOR M., OECHSNER H., OLIVEIRA J.V., PATERSON M., PAUSS A.,  
476 POMMIER S., PORQUEDDU I., RAPOSO F., RIBEIRO T., RUSCH PFUND F., STROMBERG S.,  
477 TORRIJOS M., VAN EEKERT M., VAN LIER J., WEDWITSCHKA H., WIERINCK I., (2016): « Towards  
478 a standardization of biomethane potential tests » *Water Science Technology*; 74 : 2515-2522.

479 KUSCH S., OECHSNER H., KRANERT M., JUNGBLUTH T (2009): « Methane generation from the  
480 recirculated liquid phase in batch operated anaerobic dry digestion » *B. UASVM. Agric.* 66, 110–115.

481 LA HAUTE-SAÔNE AGRICOLE ET RURALE (2018) : *La voie sèche à l'honneur* (consultation le 13  
482 janvier 2020). Disponible en ligne : <http://hautesaoneagricole.com/2018/10/la-voie-seche-a-lhonneur/>

483 LE HYARIC R., BENBELKACEM H., BOLLON J., BAYARD R., ESCUDIE R., BUFFIERE P. (2011):  
484 « Influence of moisture content on the specific methanogenic activity of dry mesophilic municipal solid  
485 waste digestate» *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*; 87(7) : 1032-1035.

486 LI Y., PARK S.Y., ZHU J. (2011): « Solid-state anaerobic digestion for methane production from organic  
487 waste » *Renewable and Sustainable Energy Reviews*; 15: 821-826.

488 MINISTERE DE LA TRANSITION ECOLOGIQUE ET SOLIDAIRE, MINISTERE DE LA COHESION DES  
489 TERRITOIRES ET DES RELATIONS AVEC LES COLLECTIVITES TERRITORIALES, 2020a

490 MINISTERE DE LA TRANSITION ECOLOGIQUE ET SOLIDAIRE, MINISTERE DE LA COHESION DES  
491 TERRITOIRES ET DES RELATIONS AVEC LES COLLECTIVITES TERRITORIALES, 2020b

492 RAPOSO F., DE LA RUBIA M.A., FERNANDEZ-CEGRI V., BORJA R. (2011): « Anaerobic digestion of  
493 solid organic substrates in batch mode : an overview relating to methane yields and experimental  
494 procedures » *Renewable and Sustainable Energy Reviews* ; 16: 861-877.

495 RIGGIO S., TORRIJOS M., DEBORD R., ESPOSITO G., VAN HULLEBUSCH E.D., STEYER J.P.,  
496 ESCUDIE R. (2017) : « Mesophilic anaerobic digestion of several types of spent livestock bedding in a  
497 batch leach-bed reactor: substrate characterization and process performance» *Waste management*. 59  
498 : 129-139.

499 SHAHRIARI H., WARITH M., HAMODA M., KENNEDY K.J., (2012): « Effect of leachate recirculation on  
500 mesophilic anaerobic digestion of food waste » *Waste management*; 32 : 400-403.

501 WOODMAN N.D., REES-WHITE T.C., STRINGFELLOW A.M., BEAVEN R.P., HUDSON A.P. (2015):  
502 « Multiple-tracer tests for contaminant transport process identification in saturated municipal solid  
503 waste.» *Waste Management*; 38 : 250-262.

504

Tableau I : Contraintes de conception et solutions apportées

<b>Contraintes</b>	<b>Solutions</b>
Recirculation des réacteurs adaptable au nombre de pompes	Tuyau de recirculation externe avec utilisation de pompes péristaltiques déplaçables
Immersion ajustable	Grilles de rétention du massif solide ajustables
Température maîtrisée	Système de chauffe en série de 5 réacteurs avec utilisation de thermoplongeurs
Adaptation aux substrats hétérogènes et complexes	Réacteurs entièrement démontables
Réacteurs adaptés aux expériences de traçage	Axe central démontable et disques de polystyrène extrudé (PSE) ajustant la hauteur du massif
Comptage de gaz manuel autonome pendant 3 jours	Compteurs de gaz manuels gradués utilisant le principe du vase de Mariotte
Transparence des parois du réacteur	Utilisation de matériaux transparents

505

506

Tableau II : Caractéristiques du montage

<b>Réacteurs</b>	
<b>Matériau</b>	Parois en plexiglas (PMMA) et couvercles en polychlorure de vinyle (PVC)
<b>Diamètre interne (cm)</b>	15
<b>Hauteur (cm)</b>	15
<b>Epaisseur de la double enveloppe (cm)</b>	4
<b>Dimensions de l'axe central (cm)</b>	15 cm de hauteur, 1 cm de diamètre
<b>Matériau des grilles de rétention</b>	Acier inoxydable
<b>Compteurs de gaz : bouteilles de Mariotte</b>	
<b>Largeur (cm)</b>	10
<b>Hauteur (cm)</b>	50
<b>Volume total (L)</b>	5
<b>Graduations (mL)</b>	20
<b>Différence de hauteur entre l'injection de biogaz et la sortie d'eau (cm)</b>	1

510

Tableau III : Caractéristiques de l'*inoculum* et des substrats

<b>Données</b>	<b>Lisier bovin</b>	<b>Fumier bovin</b>	<b>Tonte d'herbe</b>
Matière sèche (%MS)	2,8 ± 0,1	14,8 ± 0,1	42,2 ± 0,9
Matière organique (%MO <sub>MS</sub> )	62,4 ± 0,3	86,4 ± 0,2	71,7 ± 0,3
pH	8,0 ± 0,1	8,7 ± 0,1	5,8 ± 0,1

511

512

Tableau IV : Bilan matière sur les réacteurs tests

Réacteur	Phase liquide (inoculum) avant digestion anaérobie (g)	Phase solide (substrat) avant digestion anaérobie(g)	Phase liquide après digestion anaérobie (g)	Phase solide après digestion anaérobie (g)	Biogaz total produit pendant la digestion anaérobie (g)	Ecart bilan matière (%)
<b>1</b>	1019	202	1034	162	3	1,80
<b>2</b>	1019	202	1018	185	3	1,23
<b>3</b>	1019	202	1016	163	3	3,19
<b>4</b>	1019	202	1034	162	3	1,80