



*“Un réseau de centre technologiques pour
développer une bio raffinerie autour des
algues”*

EFA037/15

**Valorisation de la biomasse résiduelle pour l’obtention de
biogaz et de digestats**

Action 4.2

14/12/2018

Nom de rapport	Valorisation de la biomasse résiduelle pour l'obtention de biogaz et de digestats
Version	
Partenaire responsable de rapport	APESA
Activité	Action 4.2
Auteur	F. MONLAU, E. ARRIBARROUY, C. PEYRELASSE, J.F. LASCOURREGES, C. LAGNET
Collaborateur/s	All partners
Ref	EFA037/15
Programme	Programme Interreg V-A Espagne-France-Andorre POCTEFA 2014-2020
Date de début	01/06/2016
Durée du projet	36 mois
chef de file	NEIKER-Instituto Vasco de Investigación y Desarrollo Agrario

RÉSUMÉ

Les travaux ont porté sur la souche *C. protothecoides* (cultivée en hétérotrophie). Après une extraction des lipides et des protéines par voie chimique (KOH, éthanol) et enzymatique respectivement, l'APESA a travaillé sur la valorisation du résidu final par méthanisation représentant environ 35% de la biomasse initiale. Les objectifs recherchés étaient :

- De **valider les performances et la stabilité** de la dégradation de tels résidus en méthanisation ;
- **D'étudier la qualité agronomique** du digestat produit.

Le projet a été cofinancé à hauteur de 65% par le *Fonds Européen de Développement Régional* (FEDER) au travers du Programme Interreg V-A Espagne-France-Andorre (**POCTEFA 2014-2020**). L'objectif du POCTEFA est de renforcer l'intégration économique et sociale de l'espace frontalier Espagne-France-Andorre. Son aide est concentrée sur le développement d'activités économiques, sociales et environnementales transfrontalières au travers de stratégies conjointes qui favorisent le développement durable du territoire.

INDEX

1	CONTEXTE ET OBJECTIFS	4
2	REALISATION DE L'ESSAI	5
2.1	Déroulement de l'essai.....	5
2.2	Suivi du réacteur de méthanisation	6
2.3	Caractérisationa agronomique du digestat	7
3	RESULTAT DE L'ESSAI	8
3.1	Caractérisation de l'intrant.....	8
3.2	Résultats de l'essai pilote.....	8
3.3	Analyses agronomiques du digestat.....	10
4	CONCLUSIONS	14
5	REFERENCES	14

1 CONTEXTE ET OBJECTIFS

La culture d'algues a retenu une forte attention au niveau R&D et industriel ces dernières années notamment pour la production de biodiesel (Chisti, 2007; Sialve et al., 2009). Toutefois, la rentabilité économique du biodiesel algal peut nécessiter d'intégrer le procédé dans un schéma de bioraffinerie environnementale où les co-produits de l'extraction des huiles sont valorisés en molécules à valeur ajoutée, énergie et fertilisants. C'est dans ce cadre que s'intègre le projet CYCLALG (<http://www.cyclalg.com>) du programme Interreg POCTEFA dont l'APESA est partenaire.

Le projet CYCLALG coordonné par l'Institut NEIKER a pour but de développer un système de bioraffinerie environnementale rendant la filière microalgues économiquement et environnementalement durable.

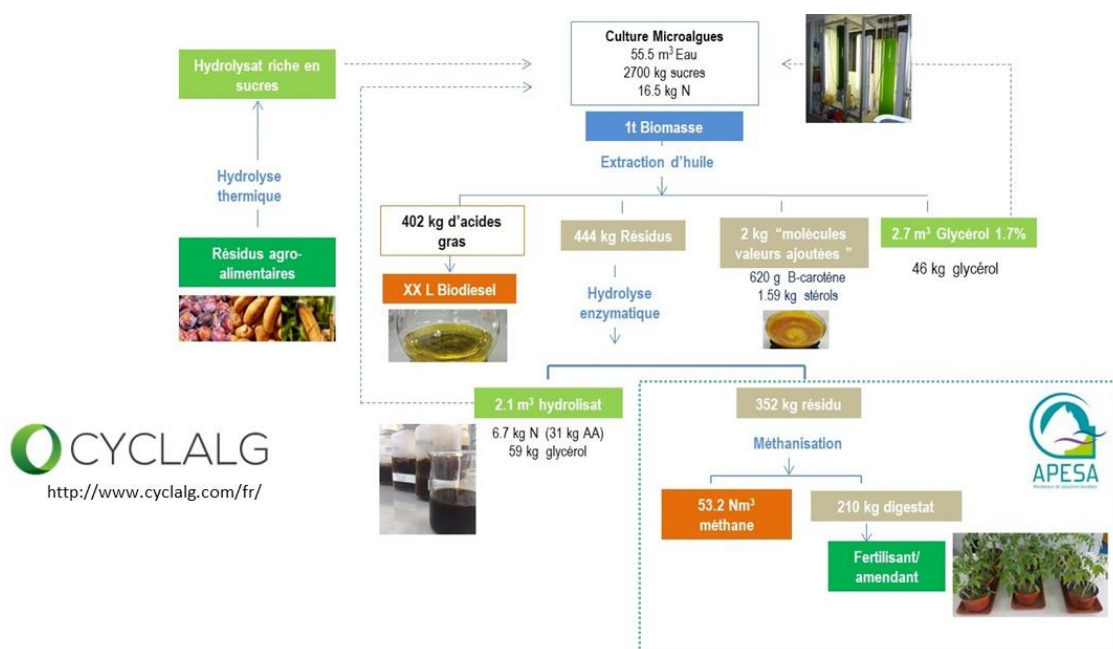


Fig. 1 Vue générale du projet CYCLALG : intégration de la culture de microalgues hétérotrophes *C. protothecoides* dans un concept de bioraffinerie environnementale.

Les travaux ont porté sur la souche *C. protothecoides* (cultivée en hétérotrophie). Après une extraction des lipides et des protéines par voie chimique (KOH, éthanol) et enzymatique respectivement, l'APESA a travaillé sur la valorisation du résidu final par méthanisation représentant environ 35% de la biomasse initiale. Les objectifs recherchés étaient :

- De valider les performances et la stabilité de la dégradation de tels résidus en méthanisation ;
- D'étudier la qualité agronomique du digestat produit.

2 REALISATION DE L'ESSAI

2.1 Déroulement de l'essai

L'APESA a mis en œuvre un équipement permettant de se rapprocher le plus possible du fonctionnement de la future unité à savoir **un réacteur continu infiniment mélangé**. Les principales caractéristiques **du pilote (Figure 1)** sont décrites ci-après :

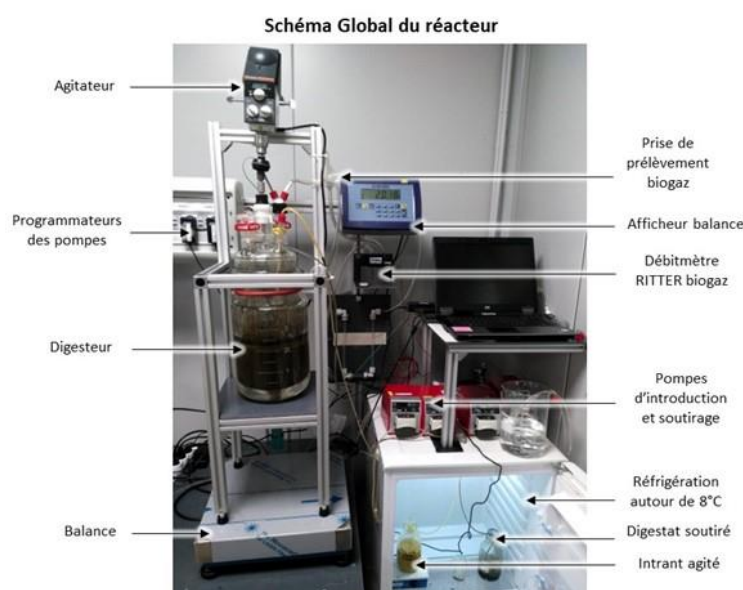


Figure 1 | Schéma du pilote utilisé lors de l'essai de digestion des résidus de microalgues *C. protothecoides*.

- **Caractéristiques :**
 - Volume utile 4 L;
 - Température de fonctionnement : régime mésophile à 37°C;
- **Type :** digesteur infiniment mélangé, alimentation semi-continue;
- **Agitation** par un axe vertical muni de pâles (type hélice), vitesse d'agitation réglée (par défaut) entre 10 et 20 tours minutes sur une séquence (par défaut) de 30 minutes de fonctionnement pour

30 minutes d'arrêt.

- **Alimentation / Sous-tirage :** en continu par pompes péristaltiques avec réglage des débits.

L'essai en réacteur pilote a été réalisé sur une durée légèrement supérieure à 3 mois. Il a été réalisé sur les résidus de microalgues *C. protothecoides*. L'alimentation du réacteur s'est fait sur sept jours de la semaine. L'essai comporte les phases suivantes :

▪ Démarrage du pilote :

Le digesteur pilote a été préparé avec un inoculum préalablement acclimaté dans notre laboratoire (l'APESA maintient en permanence une banque d'inoculum adaptée à différents produits ou mélanges). La température de fonctionnement du digesteur a été fixée à des conditions mésophiles.

Cette phase a duré 1 semaine.

▪ Montée en charge organique

La ration de résidus d'algues a été augmentée progressivement afin de ne pas provoquer de perturbations du fonctionnement du réacteur. Le mélange introduit avait une siccité de 10% MS après dilution à l'eau du résidu algal pour être dans un mode de

fonctionnement infiniment mélangé. L'augmentation de la charge volumique organique (CVO) s'est étalée sur 3 semaines :

- **Sem 1** : CVO de 1,5 kg VS / m³ jour ;
- **Sem 2** : CVO de 2,2 kg VS / m³ jour ;
- **Sem 3** : CVO de 2,7 kg VS / m³ jour ;

A l'issue de la **semaine 3**, la charge nominale (CVO) atteinte était de 2,7 kg VS / m³ / jour, cette valeur a été maintenue par la suite (**Sem 3-10**).

- **Période de fonctionnement stabilisé (CVO de 2,7 kg VS / m³ jour)**

Une fois la **CVO nominale** atteinte (2,7 kg VS / m³ jour), le pilote a été alimenté pendant une période de huit semaines (soit deux Temps de Séjour Hydraulique) afin de vérifier la stabilité des paramètres de fonctionnement et les performances.

2.2 Suivi du réacteur de méthanisation

Le réacteur de méthanisation a été suivi selon 3 **types de paramètres (Table 1)** : Les **paramètres imposés au système de fermentation** : la charge organique, la température, le temps de séjour (résultante de la charge organique et du volume utile du réacteur) ; Les **paramètres de fonctionnement** : ils reflètent l'état de fonctionnement du milieu de fermentation et seront mesurés tout au long de l'expérimentation ; Les **paramètres de performance** : ils reflètent le niveau de production du scénario simulé et seront calculés à partir des valeurs de suivi. Les comparaisons de performances se font à partir de la moyenne hebdomadaire. L'interprétation des résultats s'appuiera sur l'analyse des paramètres de fonctionnement d'une part et de performances d'autre part. Le tableau suivant résume les différents paramètres suivis sur le digesteur infiniment mélangé.

Table 1 Tableau des paramètres de suivi du réacteur pilote			
Type	Paramètres	Description	Fréquences
Paramètres de fonctionnement imposés au réacteur	CVO (kg MO/m ³ /j)	Charge volumique organique	Mesure de contrôle initiale
	CMO (kg MO/t/j)	Charge massique organique	Mesure de contrôle initiale
	TS (j)	Temps de séjour	Mesure de contrôle initiale
	T (°C)	Température de fermentation	Contrôle quotidien
Paramètres de suivi du fonctionnement du réacteur	NH ₄ ⁺ (kg/m ³)	Concentration en azote ammoniacal	Contrôle hebdomadaire
	MS/MV	Concentration en MS/MV sur digestat	Contrôle hebdomadaire
	AGVs/HCO ₃ ⁻	Suivi du rapport acides organiques et alcalinité (dosage titrimétrie)	Mesure 1 fois par semaine et plus si instabilité
	AGV	AGV totaux et individuel (acetate, propionate...) analysé par GC (7890 B, Agilent)	Contrôle par chromatographie gazeuse hebdomadaire
	pH	pH du digestat	Mesure de contrôle quotidienne
	redox	Potentiel redox du digestat	Mesure de contrôle quotidienne
	Vgaz (Nm ³ /j)	Volume de gaz produit par jour	Mesure de contrôle quotidienne
	% N ₂ , CH ₄ , CO ₂ , O ₂ , H ₂ , H ₂ S	Composition du biogaz analysée par micro GC (Varian 4900, Agilent)	Calcul quotidien
	Analyses siloxanes	Analyse complète des siloxanes (analyse sous-traitée à ExplorAir)	Sur le biogaz une fois le réacteur stabilisé

Paramètres de performance	PG (Nm ³ /t PB _{initial})	Production de biogaz	Calcul quotidien
	PM (Nm ³ CH ₄ /t MO _{initial})	Potentiel méthane	Calcul quotidien
	RV (Nm ³ /m ³ /j)	Rendement volumique	Calcul quotidien

2.3 Caractérisation agronomique du digestat

Le digestat produit à l'issue de la **semaine 10 (dernière semaine d'essai)** a fait l'objet d'**analyses agronomiques** décrites ci-dessous:

- pH ; matière sèche (MS) ; matière organique (MSV) ; matière minérale (MM) ;
- **Nutriments:** azote total Kjeldhal (NTK) ; azote ammoniacal (N-NH₄) ; phosphore total (P) ; magnésium (Mg) ; potassium (K) ; calcium (Ca) ; sodium (Na) ; soufre (S) ;
- **Métaux :** As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se, Zn.



Figure 2 | Enceinte phytotronique utilisée lors des essais agronomiques sur le digestat du projet CYCLALG.

En parallèle, des tests de phytotoxicité et de croissance sur plantes (blé, tomates) ont été réalisés. Une charge de digestats a été apportée de telle sorte à avoir une concentration en azote équivalente à 170 kgN / ha. Un contrôle négatif avec le sol seul et un contrôle positif avec le sol en présence d'un engrais industriel apporté à la même dose d'azote disponible que le digestat ont été réalisés.

Les essais ont été réalisés dans un phytotron (enceinte climatique, Fig. 2) permettant de contrôler un certain nombre de paramètres climatiques (i.e humidité, luminosité, température). Un cycle jour/nuit (16h ; 8h), une température jour/nuit (25°C ; 18°C), une humidité jour/nuit (60% ; 80%) ont été fixés. Pour la réalisation des tests, un sol agricole Français du Sud-Ouest de la France a été utilisé et l'humidité des pots a été maintenue à 60 % de leur capacité de rétention en eau. Une plantation de 10 et 20 graines a été réalisée respectivement pour le blé et la tomate. Une fois un taux

de germination > à 70 % pour le contrôle négatif, le taux de germination a été évalué au bout d'une semaine par:

$$GI (\%) = [\text{Graines germées} / \text{Graine plantées}] * 100$$

A la fin de l'essai (21 jours) la biomasse foliaire a été récoltée, séchée et pesée pour les plants de tomates et de blé.

3 RESULTAT DE L'ESSAI

3.1 Caractérisation de l'intrant

Le résidu de microalgues contient 93 % de Matière Sèche et 72 % de Matière Organique (MO) du produit brut. Le résidu algal est composé de 33.6 % (± 0.7) de carbone, 1.59 % (± 0.05) d'azote et 5.42 % (± 0.07) d'hydrogène. Le ratio C/N observé est de 21 ce qui est en adéquation avec les exigences de la méthanisation qui préconise un ratio C/N entre 20 et 30 (Wang et al.) Le potentiel méthanogène de l'échantillon de résidus de microalgues (Fig. 3) est de **185 Nm³ CH₄/t MO** avec un taux de méthane de 65%.

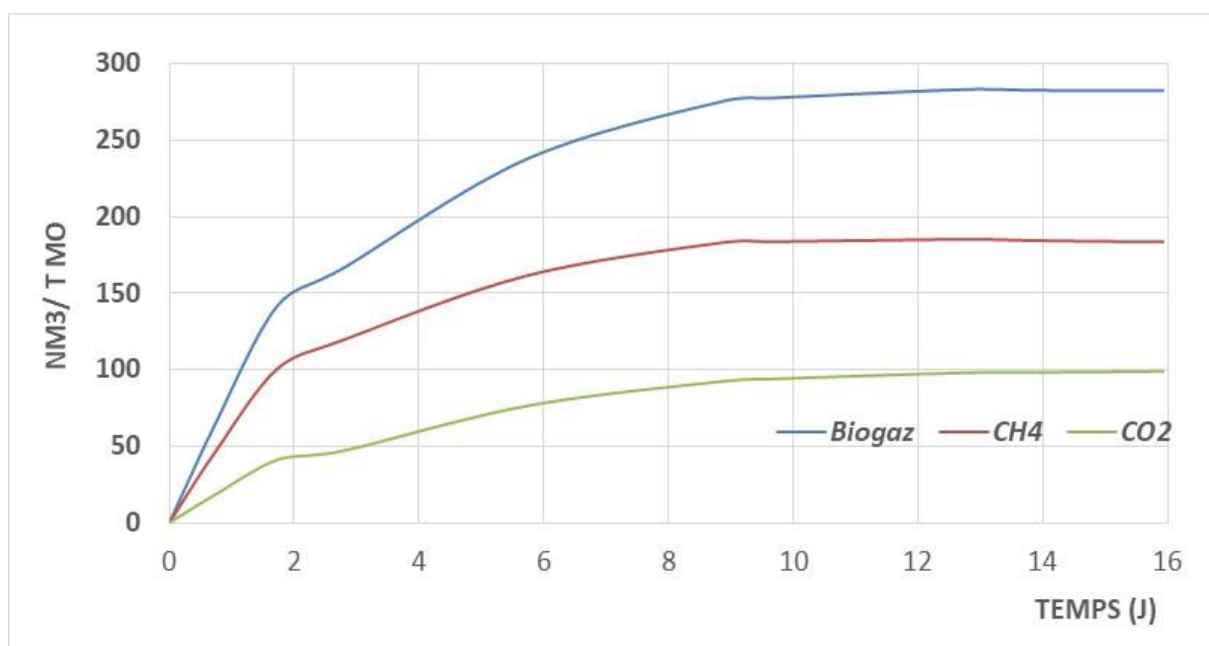


Figure 3 | Test de potentiel méthanogène réalisé sur le résidu algal de la souche *C. protothecoides*.

La valeur du potentiel méthanogène est en adéquation avec des potentiels méthanogènes observés sur des souches de microalgues (Gonzalez-Fernandez et al., 2015; Mussgnug et al., 2010; Sialve et al., 2009; Ward et al., 2014). Par exemple, Frigon et al. (2013) a étudié le potentiel méthanogène de vingt souches de microalgues d'eau douce et marine. Les potentiels méthanogènes variaient de 227 NL CH₄ kg⁻¹ VS (*Glossomastix chrysoplata*) à 410 NL CH₄ kg⁻¹ VS (*Scenedesmus sp.*) (Frigon et al., 2013) En parallèle, d'autres études ont mesuré le potentiel méthanogène des résidus d'algues après extraction des lipides (Bohutskyi et al., 2015; Sialve et al., 2009; Zhao et al., 2014) ou production de bioéthanol (Park et al., 2012). Toutefois, aujourd'hui peu d'études ont regardé les potentiels méthanogènes de résidus après extraction des huiles et des molécules à valeurs ajoutées (β carotène, stérols...).

3.2 Résultats de l'essai pilote

L'essai pilote s'est déroulé sur une durée de 10 semaines. Sont présentés ci-dessous les principaux résultats obtenus et discutés pour l'essai pilote. La Figure 4 représente le temps de séjour (TS en jours) et la CVO appliquée tout au long de l'essai. Après une montée en charge jusqu'à une CVO de **2,7 kg MO / m³ / j** (CVO classique d'unité de méthanisation réelle), nous avons stabilisé le système sur une durée de deux temps de Valorisation de la biomasse résiduelle pour l'obtention de biogaz et de digestats

séjour hydraulique autour d'une CVO de 2,5-2,7 **kg MO / m³ / j**. Pour une CVO appliquée de 2.7 kg MO / m³ / j, le temps de séjour était de **27 à 30 jours**. Tout au long de l'essai, le pH est resté dans des valeurs (7.2-8.5) en adéquation avec le procédé de digestion anaérobie.

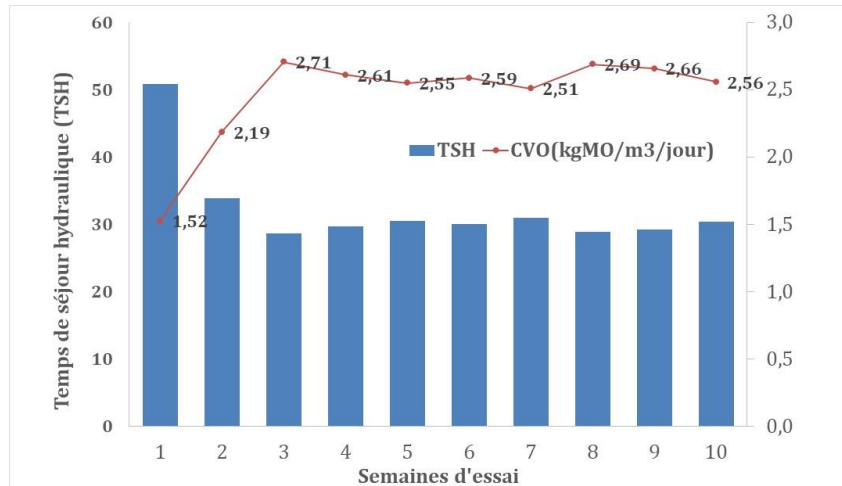


Figure 4 | CVO et temps de séjour du réacteur pilote au cours de l'essai

La **Figure 5** représente l'évolution du potentiel méthanogène ($\text{Nm}^3 \text{CH}_4 / \text{t MO}$) et de la teneur en méthane ($\% \text{CH}_4$) dans le biogaz pour les différentes semaines d'essai du pilote. Le potentiel méthanogène obtenu au bout du deuxième temps de séjour ($\approx 200 \text{ Nm}^3 \text{CH}_4 / \text{t MO}$) correspondait à environ 100% du potentiel méthanogène déterminé par BMP (*Biochemical Methane Potential*) avec une concentration en méthane avoisinant les 60%. Tout au long de l'essai une bonne stabilisation de la production et de la concentration en méthane a été observée.

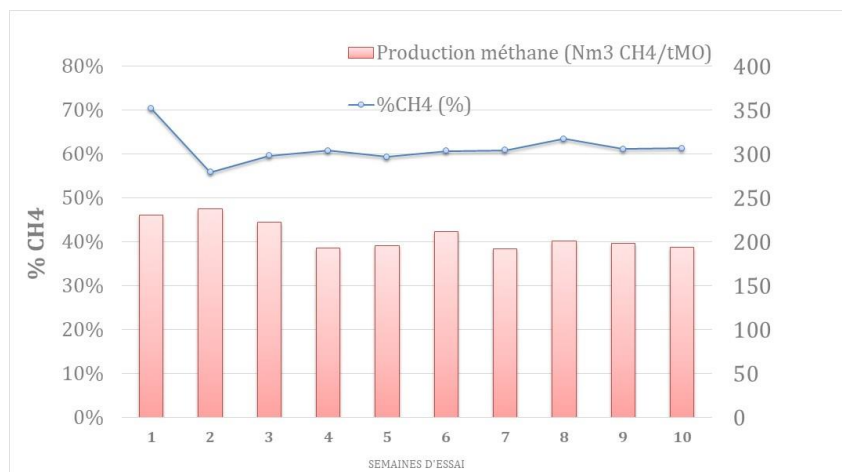


Figure 5 | Production de méthane ($\text{Nm}^3 \text{CH}_4 / \text{tMO}$) et teneur en méthane au cours du temps

La **Table 2** synthétise les paramètres de fonctionnement mesurés (pH, redox, ammonium, FOS/TAC, AGVs totaux). La concentration en AGVs et en ammonium

réduisent au cours du temps pour atteindre des valeurs de 0,8 et 0,28 kg/ m³ respectivement pour l'ammonium et les AGVs. Le ratio AGVs/ HCO₃⁻ reste inférieur ou égal à 0,3 lors du second temps de séjour témoignant d'une bonne stabilité (Sambusiti et al., 2013). Sur les trois dernières semaines d'essais, le digestat sortant présente une teneur en MS de 7,8% PB et une teneur en matière organique de 4,3 % PB. Ceci permet d'estimer le taux d'abattement de la MO sur les trois dernières semaines d'essai, il s'élève à 45%.

Table 2. Paramètres de fonctionnement de l'essai pilote

PARAMETRES DE FONCTIONNEMENT										
Semaine d'essai	T°C	CVO (kgMO/m ³ /j)	pH	redox (mV)	Vgaz (NL/j)	%CH ₄ (%)	H ₂ S (ppm)	NH ₄ ⁺ (kg/m ³)	AGV tot eq acétate (kg/m ³)	AGVs/ HCO ₃ ⁻
1	39,3	1,52	8,51	-382	0,9	70,3%	187	2,3	1,54	0,28
2	39,3	2,19	8,22	-344	0,0	55,8%	125	2,9	1,02	0,44
3	39,9	2,71	7,96	-323	1,4	59,6%	441	2,0	0,57	0,37
4	40,4	2,61	7,77	-316	1,8	60,8%	242	1,7	0,31	0,24
5	39,8	2,55	7,65	-333	2,2	59,4%	242	1,2	0,16	0,24
6	39,0	2,59	7,62	-334	2,1	60,7%	304	1,2	0,24	0,25
7	39,1	2,51	7,37	-336	1,7	60,8%	290	1,1	0,34	0,27
8	38,7	2,69	7,32	-353	1,8	63,5%	346	1,0	0,29	0,25
9	38,6	2,66	7,32	-339	1,6	61,1%	321	0,8	0,37	0,30
10	38,8	2,56	7,22	-344	1,8	61,3%	355	0,8	0,28	0,29

3.3 Analyses agronomiques du digestat

Une fois la phase stabilisée de l'essai pilote atteint (Semaine 10 correspondant à environ 2 TSH), nous avons réalisé différentes expérimentations afin d'évaluer la qualité agronomique du digestat et son innocuité :

- Analyses physico-chimiques des nutriments présents dans le digestats (**Table 3**) ;
- Analyses des métaux lourds (**Table 4**) ;
- Tests de toxicité et de croissance sur plantes (blé et tomates) (**Figure 6 & 7**).

Sur le **digestat de la semaine 10**, le digestat présente une teneur en azote total (NTK) de 3,14 g/100gMS dont 0,67 g d'azote ammoniacal/100gMS. Les teneurs en phosphore, potassium et soufre sont respectivement de 3,0 g P₂O₅ / 100gMS, 5,2 g K₂O / 100gMS et 0,4 g SO₃ / 100gMS ont été déterminées.

Table 3. Analyses physico-chimiques et des nutriments présents dans le digestat

Paramètres	Valeurs (± S.D)
Conductivité (dS/m)	3,9 (± 0.97)
MS (g/100 g MS)	6,4 (± 0.28)
MM (g/100 g MS)	34,8 (± 0.07)

MO (g/100 g MS)	65,3 (± 0.07)
C orga (g/100 g MS)	32,7 (± 0.07)
Humidité (%)	93,6 (± 0.28)
NH ₄ (g/100 g MS)	0,67 (± 0.04)
NTK (g/100 g MS)	3,14 (± 0.17)
C/N	10,4 (± 0.57)
pH à 25°C	8,3 (± 0.28)
K ₂ O (g/100 g MS)	5,2 (± 0.02)
P ₂ O ₅ (g/100 g MS)	3,0 (± 0.01)
CaO (g/100 g MS)	0,7 (± 0.04)
MgO (g/100 g MS)	0,7(± 0.05)
Na ₂ O (g/100 g MS)	12,5 (± 0.07)
SO ₃ (g/100 g MS)	0,4 (± 0.06)

En parallèle, les éléments traces métalliques (As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se, Zn exprimés par rapport au taux de MS, **Table 4**) ont été mesurés sur ce même digestat (semaine 10). Les valeurs obtenues sont en dessous des seuils recommandés par la norme **NFU 44051** qui fixe au niveau Français les spécifications concernant les amendements d'origine organiques.

Table 4. Analyses des métaux lourds présents dans le digestat et comparaison à la norme NFU 44 051

Elementes traces métalliques	Valeur	Seuil NFU 44-051
As (mg/kg MS)	2,3	18
Cd (mg/kg MS)	0,3	3
Cr (mg/kg MS)	14,8	120
Cu (mg/kg MS)	43,9	300-600
Hg (mg/kg MS)	0,2	2
Ni (mg/kg MS)	5,8	60
Pb (mg/kg MS)	3,9	180
Se (mg/kg MS)	2	12
Zn (mg/kg MS)	175	600-1200

Par la suite, des tests de germination et de croissance ont été réalisés sur deux espèces de plantes (blé et tomates) en enceinte phytotronique afin d'évaluer la potentielle phytotoxicité des digestats. La phytotoxicité des digestats est généralement due à leur salinité, leur concentration en acides gras volatils et en ammonium ((Albuquerque et al., 2012; Solé-Bundó et al., 2017) Les photos de la croissance au bout de 21 jours de culture sont représentés en **Figure 6 A et B**.

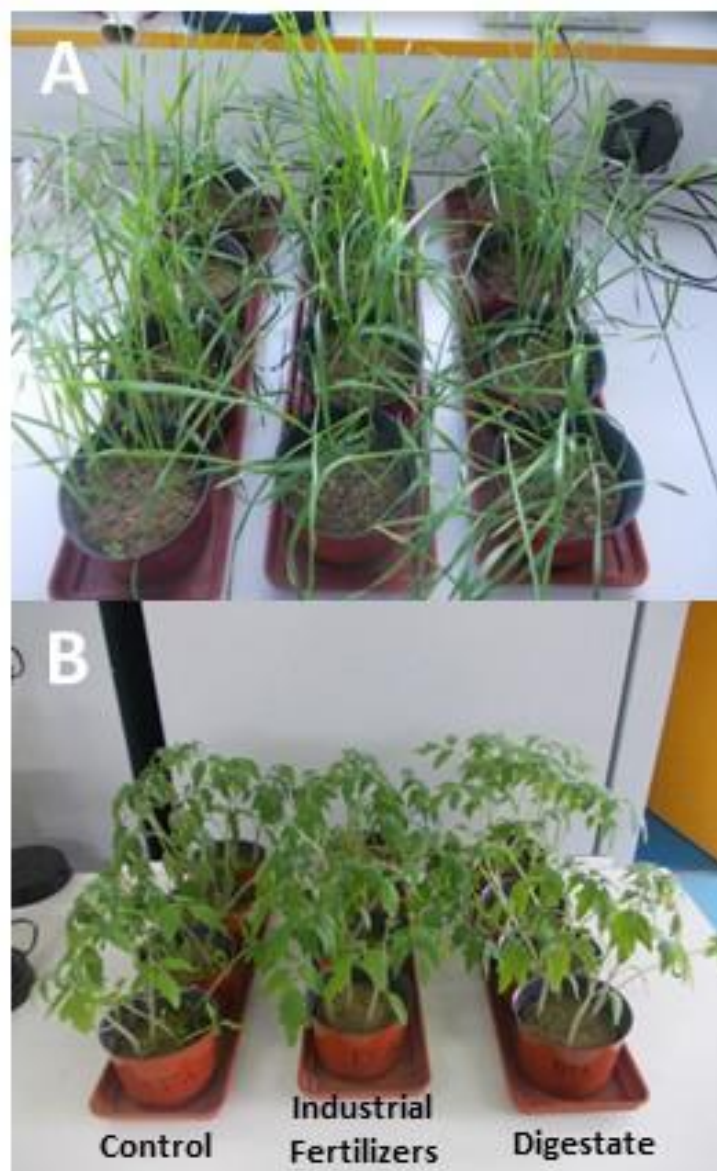


Figure 6 | Photo de la croissance des plantes blé (A) et tomates (B) pour les diverses conditions étudiées.

Les résultats de germination sont présentés en **Figure 7 A et B**. Par rapport au contrôle négatif (sol seul) et au contrôle positif (sol seul + engrais industriel), le blé et la tomate amendés avec le digestat ne présentent pas d'effet négatif sur la germination avec des

indices de germination > 80%. Ces résultats sont en adéquation avec Solé Bundo et al. (2017) qui ont démontré l'absence d'effet négatif sur la germination lors de l'utilisation de digestats issus de la méthanisation de microalgues (*Chlorella sp.*) à des dilutions de 1% et 0,1% (c'est notre cas).

Les croissances foliaires pour le blé et la tomate ont été évaluées au bout de 21 jours de croissance. Il a été démontré que l'utilisation du digestat avait un effet positif comparé au contrôle négatif (sol seul) mais pas d'effet significatif par rapport au contrôle positif (sol + fertilisation d'engrais industriel). Ces résultats sont en adéquation avec des études précédentes ayant étudié l'impact de l'usage de digestats sur la croissance foliaire de plantes (Gell et al., 2011; Solé-Bundó et al., 2017). Gell et al. (2011) ont démontré que l'utilisation de digestats d'origine agricoles et urbaines n'avaient pas d'effet significativement négatif sur la croissance des plantes (à savoir de la laitue, des radis et de la paille de blé) en comparaison du contrôle positif (fertilisation avec engrais industriel) (Gell et al., 2011).

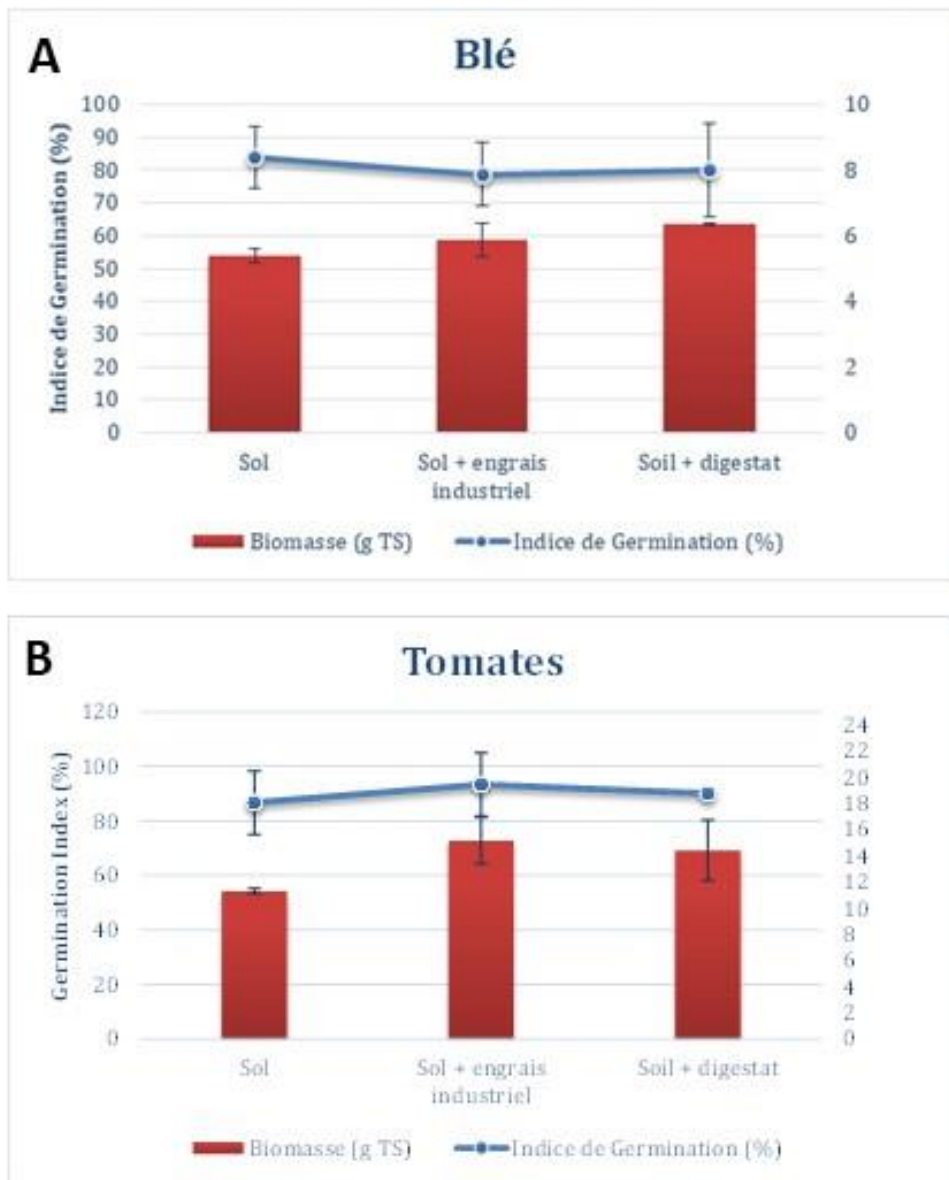


Figure 7 | Photo de la croissance des plantes blé (A) et tomates (B) pour les diverses conditions étudiées.

4 CONCLUSIONS

Les **principales conclusions de cette étude** sont les suivantes :

- Le résidu algal ne présente pas de signe d'instabilité ni d'inhibition lors de sa digestion anaérobie en réacteur continu. Une production de méthane d'environ 200 Nm³ CH₄ t⁻¹ MO a été obtenue correspondant à 100% de l'expression du potentiel méthanogène (test de potentiel méthane) ;
- Les caractéristiques agronomiques du digestat ont été testées et les teneurs en terme d'éléments traces métalliques respectent les seuils fixés par la norme *NFU 44051* ;
- Les tests de croissance sur plants de tomate et de blé (170 kg N /ha) ont montré des résultats similaires en germination et croissance foliaire par rapport à un fertilisant industriel.

5 REFERENCES

- Alburquerque, J.A., de la Fuente, C., Bernal, M.P. 2012. Chemical properties of anaerobic digestates affecting C and N dynamics in amended soils. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, **160**, 15-22.
- Bohutskyi, P., Chow, S., Ketter, B., Betenbaugh, M.J., Bouwer, E.J. 2015. Prospects for methane production and nutrient recycling from lipid extracted residues and whole *Nannochloropsis salina* using anaerobic digestion. *Applied Energy*, **154**, 718-731.
- Chisti, Y. 2007. Biodiesel from microalgae. *Biotechnology Advances*, **25**(3), 294-306.
- Frigon, J.C., Matteau-Lebrun, F., Hamani Abdou, R., McGinn P. J., J.B., O.L.S., R., G.S. 2013. Screening microalgae strains for their productivity in methane following anaerobic digestion. *Applied Energy*, **108**, 100-107.
- Gell, K., van Groenigen, J., Cayuela, M.L. 2011. Residues of bioenergy production chains as soil amendments: Immediate and temporal phytotoxicity. *Journal of Hazardous Materials*, **186**(2-3), 2017-2025.
- Gonzalez-Fernandez, C., Sialve, B., Molinuevo-Salces, B. 2015. Anaerobic digestion of microalgal biomass: Challenges, opportunities and research needs. *Bioresource Technology*, **198**, 896-906.
- Mussnug, J.H., Klassen, V., Schlüter, A., Kruse, O. 2010. Microalgae as substrates for fermentative biogas production in a combined biorefinery concept. *Journal of Biotechnology*, **150**(1), 51-56.
- NFU 44 051, 2007. Amendements organiques - Dénominations spécifications et marquage.
- Park, J.-H., Yoon, J.-J., Park, H.-D., Lim, D.J., Kim, S.-H. 2012. Anaerobic digestibility of algal bioethanol residue. *Bioresource Technology*, **113**, 78-82.
- Sambusiti, C., Ficara, E., Malpei, F., Steyer, J.P., Carrère, H. 2013. Benefit of sodium hydroxide pretreatment of ensiled sorghum forage on the anaerobic reactor stability and methane production. *Bioresource Technology*, **144**, 149-155.
- Sialve, B., Bernet, N., Bernard, O. 2009. Anaerobic digestion of microalgae as a necessary step to make microalgal biodiesel sustainable. *Biotechnology Advances*, **27**(4), 409-416.
- Solé-Bundó, M., Cucina, M., Folch, M., Tàpias, J., Gigliotti, G., Garfí, M., Ferrer, I. 2017. Assessing the agricultural reuse of the digestate from microalgae anaerobic digestion and co-digestion with sewage sludge. *Science of The Total Environment*, **586**, 1-9.
- Ward, A.J., Lewis, D.M., Green, F.B. 2014. Anaerobic digestion of algae biomass: A review. *Algal Research*, **5**, 204-214.
- Zhao, B., Ma, J., Zhao, Q., Laurens, L., Jarvis, E., Chen, S., Frear, C. 2014. Efficient anaerobic digestion of whole microalgae and lipid-extracted microalgae residues for methane energy production. *Bioresource Technology*, **161**, 423-430.