

Biochar characterization obtained from Citrus aurantifolia waste using Raman and FTIR spectroscopy coupled with principal component analysis

Jimmy Oblitas-Cruz¹; José Cruz¹; José Martín Baas-López²; B. Escobar²

¹ Universidad Privada del norte, Cajamarca, Perú

² SECIHTI-Centro de Investigación Científica de Yucatán, Carretera Sierra Papacal-Chuburná Puerto, Km 5. Sierra Papacal, Yucatán, Mexico

Abstract - Recent interest in characterizing biochars derived from agro-industrial residues has grown due to their various applications. Understanding biochar's behavior during the pyrolysis process is crucial to enhancing its manufacturing conditions. Therefore, the primary objective of this study was to utilize FTIR and Raman spectroscopy to characterize biochars produced from Citrus aurantiifolia residues and examine the effects of different pyrolysis temperatures using Principal Component Analysis (PCA). We demonstrated that the combination of FTIR and Raman spectroscopy, alongside PCA, effectively characterizes the chemical phenomena occurring during the pyrolysis of biochar obtained from Citrus aurantiifolia peel. The spectra obtained from both techniques allowed us to identify the concentration of specific functional groups, providing insight into how temperature influences the pyrolysis of the resulting biochar. Additionally, the multivariate PCA analysis revealed distinct groupings among the different biochars, highlighting its efficacy as a tool for extracting meaningful information from spectral data.

Keywords—FTIR Spectroscopy, Raman Spectroscopy, Biochar, PCA.

Caracterización de biocarbón obtenido de residuos de *Citrus aurantiifolia* mediante espectroscopía Raman y FTIR acopladas a análisis de componentes principales

Jimmy Oblitas-Cruz¹; José Cruz¹; José Martín Baas-López²; B. Escobar²

¹ Universidad Privada del norte, Cajamarca, Perú

² SECIHTI-Centro de Investigación Científica de Yucatán, Carretera Sierra Papacal-Chuburná Puerto, Km 5. Sierra Papacal, Yucatán, Mexico

Resumen— El interés en la caracterización de biocarbones obtenidos a partir de residuos agroindustriales ha crecido significativamente debido a sus múltiples aplicaciones. Para optimizar las condiciones de síntesis de este material, es fundamental comprender su comportamiento durante el proceso de pirólisis. Por ello, el objetivo principal de este estudio fue utilizar los análisis FTIR y Raman para caracterizar biocarbones producidos a partir de la *Citrus aurantiifolia* e investigar el efecto de la temperatura de pirólisis mediante el análisis de componentes principales (PCA). Los resultados demuestran que la combinación de espectroscopía FTIR y Raman acoplada a un análisis PCA es una herramienta eficaz para caracterizar los fenómenos químicos que ocurren durante la pirólisis del biocarbón obtenido de residuos de cáscaras de *Citrus aurantiifolia*. Además, los espectros obtenidos con ambas técnicas permitieron identificar la distribución de grupos funcionales específicos logrando una mejor comprensión del efecto de la temperatura en la pirólisis del biocarbón. Finalmente, el análisis multivariado PCA reveló la agrupación de los distintos biocarbones, mostrando que es una herramienta eficaz para obtener información a partir de técnicas espectroscópicas.

Palabras clave—Espectroscopía FTIR, Raman, biocarbón, PCA

I. INTRODUCCIÓN

La biomasa está ampliamente distribuida en el planeta y es producida tanto por procesos naturales como antropogénicos. De forma natural, proviene de la vegetación terrestre y acuática (plantas y algas), así como de desechos maderables y animales. Por otro lado, la actividad humana contribuye significativamente a su producción a través de cultivos energéticos, agrícolas y sus residuos, además de desechos municipales y ganaderos [1].

Además, es una fuente de alimento y una materia prima renovable que puede ser utilizada para la producción de energía, secuestro de carbono y como precursor para la producción de biocarbones. Típicamente, la biomasa puede transformar la energía química obtenida de la energía solar mediante el proceso de fotosíntesis y almacenarla en los tejidos vegetales. Por lo tanto, la energía de la biomasa también es considerada como una importante fuente de energía renovable, como la solar, eólica, hidroeléctrica y geotérmica. Es importante destacar que su uso no contribuye al aumento neto de CO₂ en la atmósfera [2].

Hasta la fecha, la energía procedente de la biomasa ha sido ampliamente utilizada para satisfacer las crecientes necesidades energéticas, por ejemplo, calefacción, cocción de

alimentos, generación de electricidad y abastecimiento de combustible. La principal ventaja de utilizar biomasa como precursor de biocarbones es su facilidad de procesamiento, su viabilidad económica y su potencial de reciclaje [3].

La conversión de la biomasa en biocombustible y otros productos con valor agregado representan una alternativa viable para abordar los problemas ambientales, con beneficios tanto para la sociedad como para la economía [3]. Entre los distintos métodos disponibles, la pirólisis se ha consolidado como el método más rentable, escalable y tecnológicamente accesible para transformar la biomasa y otras materias primas en energía y en otros subproductos utilizables [4]. Este proceso consiste en la descomposición térmica de la materia orgánica en ausencia de oxígeno [5], y las condiciones del proceso pueden afectar significativamente las propiedades fisicoquímicas, la calidad y el rendimiento de los productos obtenidos [6].

El biocarbón se obtiene a través de la pirólisis de la biomasa. Es un material sólido rico en carbono que se puede utilizar no solo como combustible renovable, sino también en otra gama amplia de aplicaciones debido a su gran área superficial, estructura gráfica, morfología porosa y abundantes grupos funcionales [7]. El carbono es el material más versátil y se encuentra presente en casi todos los aspectos de nuestra vida diaria, como el papel, la tinta, los lápices, los neumáticos, y la purificación de agua, etc. Existen varios alótropos de carbono, como el carbono cristalino (grafito y diamante), el carbono policristalino (fibras de carbono) y carbón amorfo (carbón activado y carbón negro), que exhiben propiedades únicas para aplicaciones especializadas debido a sus distintas estructuras cristalinas [8]. La naturaleza de estas estructuras de carbono es la razón clave de su alta estabilidad [7]. La diferencia química más notable entre el biocarbón y otro tipo de carbones radica en la mayor proporción de carbono aromático y la presencia de estructuras aromáticas condensadas. La estructura aromática condensada de los biocarbones puede tener diversas formas, incluido el carbono amorfo (presente a bajas temperaturas de pirólisis), el carbono turboestrático (formado a temperaturas más altas) y el carbono de grafito [9]. La composición del biocarbón depende de la fuente de la materia prima como de las condiciones de pirólisis [3]. El biocarbón exhibe una alta biodegradabilidad, elevados contenidos de carbono total y orgánico, así como

concentraciones óptimas de micro y macroelementos (potasio, sodio, magnesio, calcio, cobre, zinc, hierro, etc.).

Las propiedades únicas del biocarbón lo convierten en una material eficiente, rentable y respetuosa con el medio ambiente. Además, su variabilidad en las propiedades fisicoquímicas permite que el biocarbón mejore su eficacia en aplicaciones seleccionadas como lo son: remediación y mejora del suelo, secuestro de carbón, catalizador, aditivo en el compostaje de residuos sólidos orgánicos, descontaminación de agua y aguas residuales, materiales de electrodos, industria cosmética y de alimentos, entre otras.

En este contexto, el desperdicio agroindustrial y de alimentos es un problema alarmante planeta nivel global. Las cifras son impactantes: cada año se desechan casi mil millones de toneladas de alimentos comestibles en todo el mundo, mientras que el valor total de la cadena de suministro de alimentos alcanza varios miles de millones. Esto es particularmente asombroso cuando se considera que el valor de carbono de estos desechos es comparable al de todos los productos químicos y plásticos que se usan cada año, pero con la ventaja de que la biomasa es renovable [10].

Por otro lado, la literatura señala que se pueden producir materiales de carbono de alta calidad a partir de residuos agroindustriales de bajo valor, lo que representa un método efectivo para convertir estos residuos en productos de alto valor [11]. Existen diferentes estudios que se enfocan en la preparación y caracterización de carbón activado a partir de residuos agroindustriales para diferentes aplicaciones relacionadas con sus propiedades de adsorción, tales como la remoción de metales, colorantes, herbicidas y otros contaminantes [10], [11], [12].

Un enfoque diferente para la conversión de residuos agroindustriales en un producto de alto valor es la preparación de materiales a base de carbono para aplicaciones de energía solar. Por ejemplo, la literatura indica que materiales de carbono, como el óxido de grafeno reducido, pueden ser precursores para la síntesis de híbridos de nanocarbón covalentes funcionales con aceptores de donantes libres de metales que podrían aplicarse como agentes fotosensibilizadores en células solares sensibilizadas con colorante [13].

Sin embargo, aún faltan estudios que aborden la optimización de la síntesis y caracterización de materiales basados en carbono a partir de residuos agroindustriales para la obtención de materiales absorbentes solares sustentables. Además, es necesario investigar el efecto de las condiciones de síntesis, como la temperatura, sobre las propiedades fisicoquímicas y ópticas de estos materiales. Este enfoque podría ofrecer una alternativa innovadora para el uso de este tipo de residuos como pigmentos en la formulación de recubrimientos absorbentes solares, contribuyendo a reducir los impactos socioeconómicos y ambientales negativos generados por estos residuos.

Determinar las propiedades del biocarbón es importante para caracterizar y entender su comportamiento. La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

es una técnica analítica rápida y no destructiva que requiere solo una pequeña cantidad de muestra para identificar los grupos funcionales y proporcionar información sobre las interacciones moleculares en las muestras. [14]. Por su parte, la espectroscopia Raman (RS) es un método de análisis óptico que utiliza el efecto de dispersión Raman para proporcionar información sobre el grado de ordenamiento y la cristalinidad del material, lo que es crucial para entender sus propiedades físicas y químicas.[15].

Junto con los análisis FTIR y Raman las técnicas de análisis de datos multivariado se vuelven un valioso apoyo para extraer información importante de las muestras [16]. El análisis exploratorio de datos como el análisis de componentes principales (PCA) es a menudo el primer paso de cualquier procesamiento quimiométrico, ya que proporciona una representación inmediata, directa y visualmente intuitiva de la información de los datos. Además, permite la identificación de similitudes y distinciones entre las muestras, la presencia de grupos, conglomerados o tendencias [17].

Por lo tanto, el objetivo principal de este estudio fue utilizar la información proporcionada por los análisis FTIR y Raman para caracterizar los biocarbones producidos a partir de la *Citrus aurantiifolia* e investigar el efecto de las temperaturas de pirólisis usando PCA.

II. METODO

A. Obtención del biocarbon

Las cascaras de *Citrus aurantiifolia* se obtuvieron de frutas adquiridas en un mercado de la zona de Cajamarca - Perú. Las cascaras obtenidas se desecaron en una estufa con circulación de aire a 50° C, luego se molieron y tamizaron a través de un tamiz metálico de < 0.500 mm.

Posteriormente, las muestras se dividió y se pirolizo en una mufla a 5 diferentes temperaturas : 400° C, 500° C, 600° C, 700° C y 800° C.

B. Análisis Raman

Equipo Thermo Scientific DRX Raman con láser de gas HeNe. Las muestras fueron evaluadas a 1 mW de potencia, desde 20 cm⁻¹ a 3500 cm⁻¹, con 1 segundo de exposición y 100 barridos en un objetivo de 50X y 50 micrómetros de Pinhole.

C. Análisis FTIR

Se utilizó un espectrofotómetro de infrarrojo con transformada de Fourier, marca BRUKER modelo Tensor II que incluye un accesorio de Reflectancia total atenuada (ATR). Para la medición de cada una de las muestras, estas fueron secadas durante 24 h en horno a 100 °C, posteriormente, un 1 mg de muestra fue colocado sobre el cristal de ATR y se midió empleando una longitud de onda de 500 a 4000 cm⁻¹, con una resolución de 4 cm⁻¹ reportados en transmitancia.

D. Análisis PCA

Los datos fueron suavizados para eliminar el ruido aleatorio, preservando la información útil de los espectros. En este estudio se utilizó el algoritmo Savitzky-Golay. Se empleó el método PCA no supervisado para analizar la información

espectral y descomponerla en componentes principales no correlacionados.

III. RESULTADOS

A. Análisis por espectroscopia Raman

Las muestras del biocarbón de *Citrus aurantiifolia* se analizaron con espectroscopia Raman para determinar el grado de orden o desorden de las muestras sintetizadas a diferentes temperaturas. La Figura 1 muestra el desplazamiento Raman de los 5 tratamientos. Se observa en todas las muestras se dos bandas en 1320 cm^{-1} (banda D) y 1590 cm^{-1} (banda G) como es correspondiente a los carbones parcialmente grafitizados..

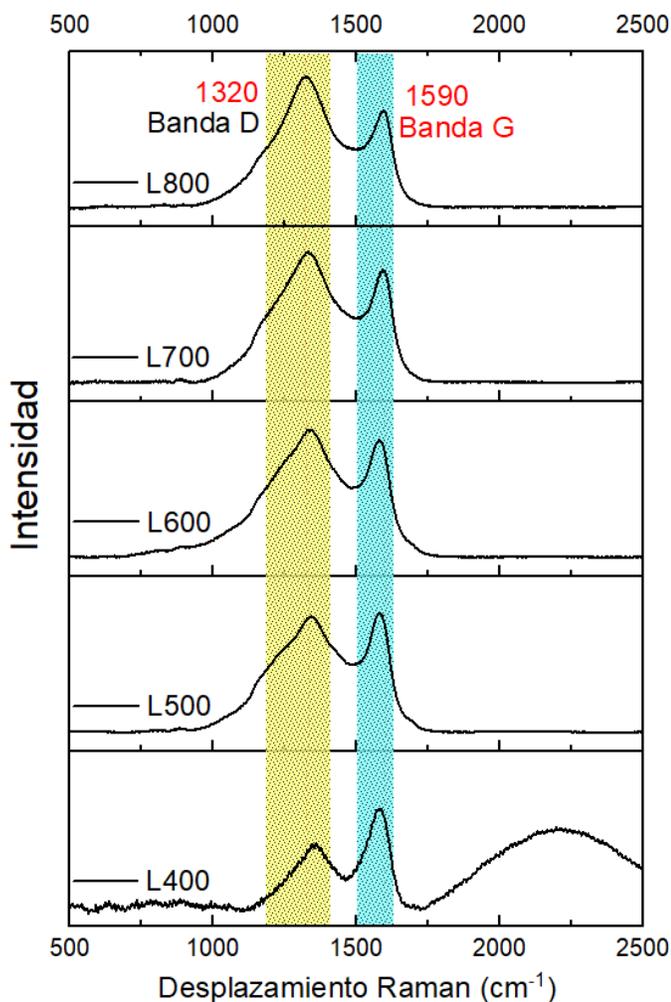


Fig. 1 Espectros Raman de los biocarbones sintetizados a 400° C, 500° C, 600° C, 700° C y 800° C.

La Tabla 1 presenta la relación (I_D/I_G), y la Figura 2 muestra su variación en función de la temperatura. Se puede observar que la relación I_D/I_G aumenta con la temperatura de pirólisis. Respecto a este comportamiento Guizani et al [18] señala que el aumento de la temperatura de pirólisis afecta fuertemente la estructura del biocarbón En este contexto, la

muestra pirolizada a 400° C presentó el menor valor. Por otro lado, en este punto Alhassan et al [19] menciona que las relaciones I_D/I_G más altas suelen indicar un mayor grado de oxidación y densidad de defectos.

TABLA 1 RELACIÓN I_D/I_G DE LOS BIOCARBONES

Muestras	I_D	I_G	I_D/I_G
L400	609.569	943.739	0.646
L500	1276.241	1316.059	0.970
L600	1112.767	1019.840	1.091
L700	154.850	132.863	1.165
L800	234.495	172.792	1.357

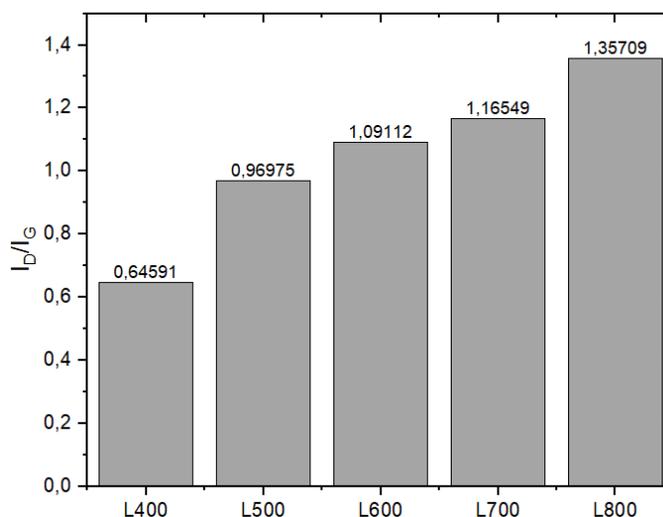


Fig. 2 Evolución del I_D/I_G con respecto a la temperatura de pirólisis

En un espectro Raman, cada molécula se caracteriza por picos específicos asociados a las frecuencias vibratorias de diferentes grupos funcionales [17]. Con el objetivo de determinar si un análisis multivariado permite diferenciar los espectros de las diferentes muestras de biocarbón se realizó un análisis de Componentes Principales (PCA).

Se desarrolló un único modelo de PCA que tomo toda la información espectral obtenida en cada muestra pirolizada, los resultados se presentan en la tabla II mostrando valores para PC1 vs PC2. Tal como se observa se explico el 99.5% de la varianza total de los espectros Raman contenido en los datos.

La figura 3 muestra el análisis de componentes principales donde se observa una tendencia a la agrupación de las muestras, al observar la figura 3 se hace evidente 3 regiones: la primera de la muestra pirolizada a 400 °C, la segunda que agrupa a las muestras pirolizadas a 700 °C y 800 °C y la tercera que agrupa a las muestras pirolizadas a 500 °C y 600 °C. Esto indica que los biocarbones agrupados en las tres regiones del PCA podrían tener características similares.

TABLA II
ANÁLISIS DE VARIANZA PARA PCA - RAMAN

Principal Component Number	Eigenvalue	Percentage of Variance (%)	Cumulative (%)
1	1712.593	69.902	69.902
2	527.869	21.546	91.447
3	171.011	6.980	98.427
4	38.527	1.573	100.000

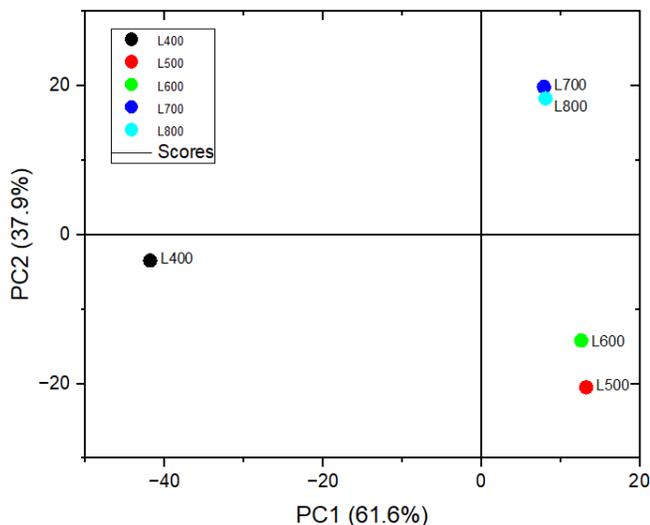


Fig. 3 PCA de los espectros Raman

B. Análisis por espectroscopia FTIR

La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) es un análisis crítico para identificar los grupos funcionales de las muestras [20]. La figura 4 muestra los espectros obtenidos en el análisis realizado a las muestras pirolizadas, donde los picos más sobresalientes se localizan entre 1420 cm^{-1} y 2330 cm^{-1} , correspondientes a dobles enlaces vibracionales de estiramiento de CO, C-OH y C-O, lo cual es una evidencia de una oxidación de las muestras pirolizadas. Asimismo, los valores alrededor de 2124 cm^{-1} pueden representar una vibración de estiramiento C=N no conjugada.

Estudios previos en muestras similares como el de Gonzales et al [10], atribuyen estos picos a la a la descomposición de componentes orgánicos como hemicelulosa, celulosa y lignina.

Tal como se observa en la figura 4 los picos generados en las muestras pirolizadas son muy similares por lo que se realizó un PCA para determinar el nivel de agrupamiento entre las muestras. La tabla II muestra los valores de la varianza acumulada, donde con dos componentes principales se explica el 91.447% de la varianza total, lo cual es útil para

generar el gráfico PC1 vs PC2 y observar el nivel de agrupamiento de las muestras.

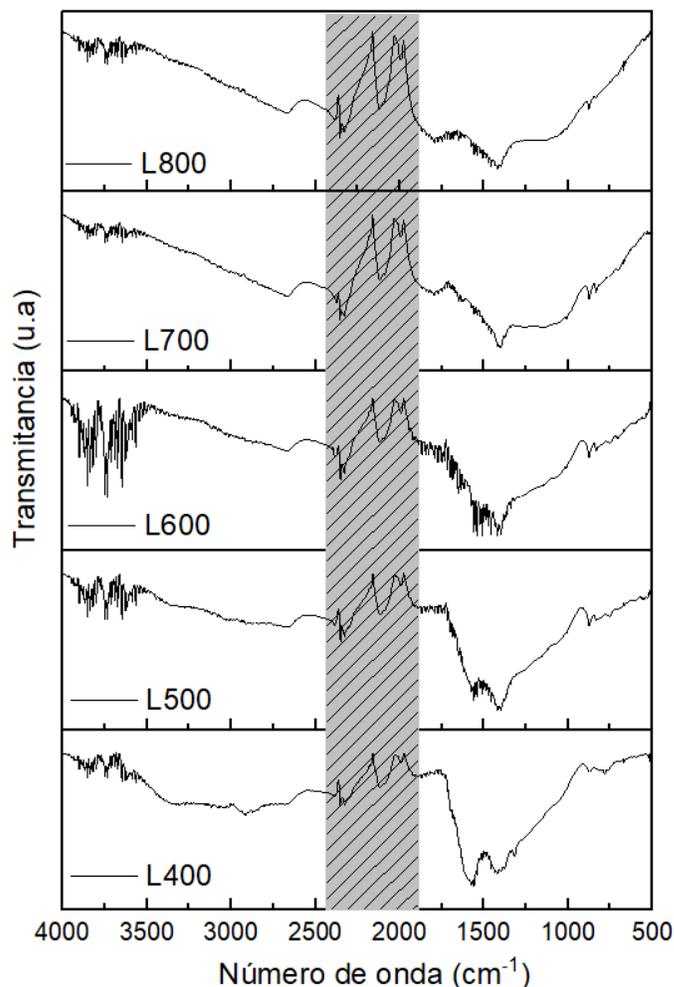


Fig. 4 Cambios estructurales por FTIR

TABLA III
ANÁLISIS DE VARIANZA PARA PCA - FTIR

Principal Component Number	Eigenvalue	Percentage of Variance (%)	Cumulative (%)
1	1712.593	69.902	69.902
2	527.869	21.546	91.447
3	171.011	6.980	98.427
4	38.527	1.573	100.000

La figura 5 muestra el agrupamiento de las muestras pirolizadas en base a FTIR. Se observan tres zonas: la primera corresponde a la muestra a 400°C , la segunda agrupa las muestras a 500°C , 600°C y 700°C , y la tercera esta definida por la muestra a 800°C .

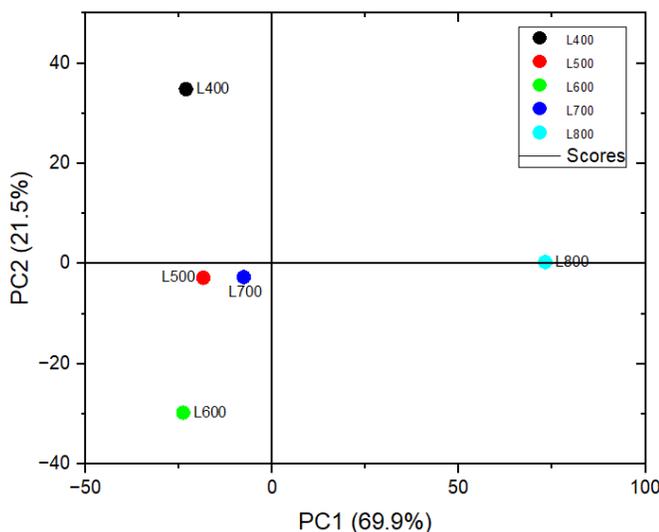


Fig. 5 PCA para espectros FTIR

El comportamiento observado en ambos análisis muestra que los biocarbones generados tienen características distintas en base a la temperatura de pirólisis. El rendimiento de carbonización se vio afectado negativamente por la temperatura de pirólisis y el FTIR permitió observar el nivel de descomposición de las muestras orgánicas utilizadas en esta investigación. Además, el análisis quimiométrico PCA permitió diferenciar a las muestras para ambas mediciones..

Los resultados permiten afirmar que las espectroscopías Raman y FTIR proporcionan de manera efectiva una comprensión más profunda de las reacciones químicas que ocurren durante la producción de biocarbón y la distribución de fases químicas. Además, cuando se acoplan con un análisis multivariado como el PCA, brindan información cualitativa para comprender mejor el efecto de la pirólisis.

IV. CONCLUSIONES

Una combinación de espectroscopía FTIR y Raman acoplada a un análisis PCA resulta eficaz para caracterizar los fenómenos químicos generados en la pirólisis de biocarbón obtenido de residuos de cáscaras de *Citrus aurantiifolia*. Los espectros FTIR permitieron identificar las longitudes de onda en las que se concentran los grupos funcionales específicos. Mientras que el análisis Raman determinó el grado de grafitización de los biocarbones, lo que facilitó una mejor comprensión del efecto de la temperatura en la pirólisis de los biocarbones. Finalmente, el análisis multivariado PCA mostró agrupaciones de los distintos biocarbones, lo que demuestra que es una herramienta eficaz para obtener información en base a estas dos técnicas de caracterización de materiales.

REFERENCIAS

- [1] A. Demirbaş, «Biomass resource facilities and biomass conversion processing for fuels and chemicals», *Energy Convers. Manag.*, vol. 42, n.º 11, pp. 1357-1378, jul. 2001, doi: 10.1016/S0196-8904(00)00137-0.
- [2] A. C. Caputo, M. Palumbo, P. M. Pelagagge, y F. Scacchia, «Economics of biomass energy utilization in combustion and gasification plants: effects of logistic variables», *Biomass Bioenergy*, vol. 28, n.º 1, pp. 35-51, ene. 2005, doi: 10.1016/j.biombioe.2004.04.009.
- [3] K. Malini, D. Selvakumar, y N. S. Kumar, «Activated carbon from biomass: Preparation, factors improving basicity and surface properties for enhanced CO₂ capture capacity – A review», *J. CO₂ Util.*, vol. 67, p. 102318, ene. 2023, doi: 10.1016/j.jcou.2022.102318.
- [4] M. K. Hossain, V. Strezov, K. Y. Chan, A. Ziolkowski, y P. F. Nelson, «Influence of pyrolysis temperature on production and nutrient properties of wastewater sludge biochar», *J. Environ. Manage.*, vol. 92, n.º 1, pp. 223-228, ene. 2011, doi: 10.1016/j.jenvman.2010.09.008.
- [5] S. R. Naqvi *et al.*, «Recent developments on sewage sludge pyrolysis and its kinetics: Resources recovery, thermogravimetric platforms, and innovative prospects», *Comput. Chem. Eng.*, vol. 150, p. 107325, jul. 2021, doi: 10.1016/j.compchemeng.2021.107325.
- [6] D. Mohan, C. U. Jr. Pittman, y P. H. Steele, «Pyrolysis of Wood/Biomass for Bio-oil: A Critical Review», *Energy Fuels*, vol. 20, n.º 3, pp. 848-889, may 2006, doi: 10.1021/ef0502397.
- [7] A. Hirsch, «The era of carbon allotropes», *Nat. Mater.*, vol. 9, n.º 11, Art. n.º 11, nov. 2010, doi: 10.1038/nmat2885.
- [8] A. Tomczyk, Z. Sokołowska, y P. Boguta, «Biochar physicochemical properties: pyrolysis temperature and feedstock kind effects», *Rev. Environ. Sci. Biotechnol.*, vol. 19, n.º 1, pp. 191-215, mar. 2020, doi: 10.1007/s11157-020-09523-3.
- [9] J. Lehmann, M. C. Rillig, J. Thies, C. A. Masiello, W. C. Hockaday, y D. Crowley, «Biochar effects on soil biota – A review», *Soil Biol. Biochem.*, vol. 43, n.º 9, pp. 1812-1836, sep. 2011, doi: 10.1016/j.soilbio.2011.04.022.
- [10] N. G. Gonzalez-Canche *et al.*, «Physicochemical and Optical Characterization of Citrus aurantium Derived Biochar for Solar Absorber Applications», *Materials*, vol. 14, n.º 16, Art. n.º 16, ene. 2021, doi: 10.3390/ma14164756.
- [11] A. K. Tovar, L. A. Godínez, F. Espejel, R.-M. Ramírez-Zamora, y I. Robles, «Optimization of the integral valorization process for orange peel waste using a design of experiments approach: Production of high-quality pectin and activated carbon», *Waste Manag.*, vol. 85, pp. 202-213, feb. 2019, doi: 10.1016/j.wasman.2018.12.029.
- [12] P. E. Martínez-Mireles *et al.*, «Physicochemical and optical properties of a sustainable and low cost solar absorber coating based on activated carbon from coconut shell», *MRS Adv.*, vol. 7, n.º 32, pp. 991-996, dic. 2022, doi: 10.1557/s43580-022-00438-5.
- [13] T. Gatti, N. Manfredi, C. Boldrini, F. Lamberti, A. Abbotto, y E. Menna, «A D-π-A organic dye – Reduced graphene oxide covalent dyad as a new concept photosensitizer for light harvesting applications», *Carbon*, vol. 115, pp. 746-753, may 2017, doi: 10.1016/j.carbon.2017.01.081.
- [14] V. Balan *et al.*, «Vibrational Spectroscopy Fingerprinting in Medicine: from Molecular to Clinical Practice», *Materials*, vol. 12, n.º 18, Art. n.º 18, ene. 2019, doi: 10.3390/ma12182884.
- [15] D. Cao *et al.*, «Serum-based surface-enhanced Raman spectroscopy combined with PCA-RCKNCN for rapid and accurate identification of lung cancer», *Anal. Chim. Acta*, vol. 1236, p. 340574, dic. 2022, doi: 10.1016/j.aca.2022.340574.
- [16] T. Valdez-Morones, H. Pérez-Espinosa, H. Avila-George, J. Oblitas, y W. Castro, «An Android App for detecting damage on tobacco (*Nicotiana tabacum* L.) leaves caused by blue mold (*Penicillium tabacina* Adam)», en *2018 7th International Conference On Software Process Improvement (CIMPS)*, oct. 2018, pp. 125-129. doi: 10.1109/CIMPS.2018.8625628.

- [17] A. Massei, N. Falco, y D. Fissore, «Use of Raman spectroscopy and PCA for quality evaluation and out-of-specification identification in biopharmaceutical products», *Eur. J. Pharm. Biopharm.*, vol. 200, p. 114342, jul. 2024, doi: 10.1016/j.ejpb.2024.114342.
- [18] C. Guizani, M. Jeguirim, S. Valin, L. Limousy, y S. Salvador, «Biomass Chars: The Effects of Pyrolysis Conditions on Their Morphology, Structure, Chemical Properties and Reactivity», *Energies*, vol. 10, n.º 6, Art. n.º 6, jun. 2017, doi: 10.3390/en10060796.
- [19] H. Alhassan *et al.*, «The differential influence of biochar and graphite precursors on the structural, optical, and electrochemical properties of graphene oxide», *Mater. Chem. Phys.*, vol. 329, p. 130070, ene. 2025, doi: 10.1016/j.matchemphys.2024.130070.
- [20] N. Hossain, S. Nizamuddin, G. Griffin, P. Selvakannan, N. M. Mubarak, y T. M. I. Mahlia, «Synthesis and characterization of rice husk biochar via hydrothermal carbonization for wastewater treatment and biofuel production», *Sci. Rep.*, vol. 10, n.º 1, p. 18851, nov. 2020, doi: 10.1038/s41598-020-75936-3.
- [21] C. H. Chia, B. Gong, S. D. Joseph, C. E. Marjo, P. Munroe, y A. M. Rich, «Imaging of mineral-enriched biochar by FTIR, Raman and SEM–EDX», *Vib. Spectrosc.*, vol. 62, pp. 248-257, sep. 2012, doi: 10.1016/j.vibspec.2012.06.006.