

Obtención y caracterización de biocarbón a partir de la biomasa del alga *Sargassum spp.* mediante pirólisis rápida y su aplicación para impresión 3D

Ramón Valdivia González^A, Monika Yolotzin Velasco Gómez^A,
Julio Silva Mendoza^B, Odilia Pérez Camacho^C, Leonardo Chávez Guerrero^A

^A Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica,
San Nicolás de los Garza, NL, México

^B Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ciencias Químicas,
San Nicolás de los Garza, NL, México

^C Centro de Investigación en Química Aplicada, Coahuila, México
ramon.valdiviag@uanl.edu.mx, monika.velascogz@uanl.edu.mx, julio.silvamn@uanl.edu.mx,
odilia.perez@ciqa.edu.mx. Autor de correspondencia: leonardo.chavezgr@uanl.edu.mx

ABSTRACT

*In this work, the valorization of *Sargassum spp.* algae for biochar synthesis via pyrolysis under a limited-oxygen atmosphere and its application as a reinforcing filler in polymeric materials for 3D printing are proposed. The material was characterized by FTIR, TGA, SEM, and NMR. FTIR analysis evidenced the formation of an aromatic network (1600 cm^{-1}), while TGA showed adequate thermal stability. SEM micrographs revealed a heterogeneous micro/mesoporous morphology, and NMR analysis confirmed characteristic aromatic groups (125 ppm). The results demonstrate the production of a high-quality biochar with potential as a functional reinforcement.*

PALABRAS CLAVE

Sargassum spp., biocarbón, valorización de biomasa, impresión 3D.

RESUMEN

*En este trabajo se propone el aprovechamiento del alga *Sargassum spp.* para la síntesis de biocarbón mediante pirólisis bajo una atmósfera con acceso limitado de oxígeno y su aplicación como refuerzo en materiales poliméricos para impresión 3D. El material fue caracterizado por FTIR, TGA, SEM y NMR. El FTIR evidenció la formación de una red aromática (1600 cm^{-1}), mientras que TGA mostró una adecuada estabilidad térmica. Las micrografías SEM revelaron una morfología heterogénea micro/meso porosa y el análisis NMR confirmó grupos aromáticos característicos (125 ppm). Los resultados demuestran la obtención de un biocarbón de calidad con potencial como refuerzo funcional.*

KEYWORDS

Sargassum spp., biochar, biomass valorization, 3D printing.

INTRODUCCIÓN

Desde hace algunos años, el alga *Sargassum spp.* se ha convertido en uno de los mayores retos de contaminación ambiental y sanitaria para los gobiernos locales de múltiples países costeros en distintas zonas del Atlántico, alcanzando una prominente región de acumulación conocida como “Great Atlantic Sargassum Belt” que se extiende desde África Occidental hacia territorio oeste, alcanzando zonas como el Golfo de México, el mar Caribe y las costas de Florida. Desde el año 2011

se ha vivido una de las mayores crisis ambientales a lo largo de la costa del Caribe, ya que la acumulación de grandes volúmenes de alga sargazo ha deteriorado no solo zonas turísticas, sino también la flora y fauna marina, así como la navegación marítima. Debido a las grandes cantidades de biomasa acumuladas, diversos grupos se han dedicado a la remoción de este material y así tratar de minimizar el impacto generado, no obstante, el sustento en cuanto a estos planes de gestión de residuos es costoso y poco eficientes. Esto ha promovido iniciativas por parte de distintos grupos, tanto por parte del gobierno como de organismos privados; los cuales, se han dado a la tarea de diseñar planes de gestión de residuos enfocados al uso escalable del sargazo como materia prima sustentable.¹ El cual puede tener un potencial económico prometedor, y así mismo, reducir el impacto ambiental y promover su valorización.

El alga *Sargassum spp.* ha demostrado tener un gran contenido de componentes químicos (celulosa, alginatos, fucoidanos, nutrientes fenólicos, proteínas, vitaminas y minerales), lo cual lo hace un recurso prometedor para la obtención de biomateriales.² Si bien, la variabilidad en la composición de las algas es compleja, no debería representar un impedimento para su futura explotación; su uso se ha reportado en una serie de propuestas tomando en cuenta distintos entornos de necesidad emergentes tanto en las zonas afectadas por el sargazo, así como panoramas de exigencia activa como, el sector agrícola, energético, producción de plásticos, remediación ambiental, industria textil, así como más especializados tales como el sector cosmético, farmacéutico o biomédico.³⁻⁴ Se informó en base a una evaluación regional de 2021, los 15 sectores con un potencial para el aprovechamiento y optimización de esta materia prima con base a una tonelada de este recurso. Uno de estos componentes es el biocarbón, el cual cuenta con un panorama prometedor debido a su gran versatilidad y propiedades. Por lo que emplear el sargazo como materia prima para su obtención ofrece un área de interés escalable.⁵ Con la creciente necesidad de materiales renovables, sostenibilidad y conservación ambiental, sostenibilidad y conservación ambiental, el uso biocarbón se destaca por su versatilidad y propiedades que varían según la fuente de materia prima y su método de producción. El uso e investigación de este material sigue abierto a diversas áreas de estudio, que van desde su refinamiento para un mejor comportamiento en situaciones adversas hasta su sinergia en nanocompuestos.⁶

En la presente investigación se planteó la obtención de biocarbón a partir de biomasa del alga sargazo mediante un procedimiento controlado de pirólisis térmica, el cual podría ser empleado en aplicaciones de impresión 3D como refuerzo de materiales poliméricos, andamiaje/sopORTE para nanopartículas, adsorción (metales pesados, colorantes), entre otros.

METODOLOGÍA

Pretratamiento

Para la obtención de biocarbón de sargazo (BS), se recolectó y trasladó el sargazo desde la costa de Puerto Morelos, Quintana Roo, México, donde se le removieron contaminantes, como arena y residuos marinos. A través de un molinillo de baja potencia se fracturó el alga, y seguidamente se usó un tamiz (#25) para separarla. Posteriormente, el material de sargazo se trituro en un molino de mayor potencia para obtener un material más homogéneo, el cual se almacenó en tubos Falcon para su posterior experimentación. Del material obtenido se extrajo el componente de fucoidan, con el propósito de que no influya en la pureza del biocarbón. Para lo cual, se colocaron 5 g de sargazo en un frasco de vidrio con 100 mL de agua. Seguidamente, se colocó dicho frasco en un proceso de autoclave a 110 °C y 10 psi durante una hora. Subsecuentemente, se centrifugo la muestra, se aisló la biomasa del fucoidan (el proceso se repitió dos veces), y finalmente, el material resultante se secó por evaporación a 40 °C en un horno.

PIRÓLISIS TÉRMICA Y OBTENCIÓN DE BIOCARBÓN

A partir de la biomasa de sargazo seca se prepararon 2 muestras de 5 g, las cuales se depositaron en un crisol de cerámica para posteriormente ser sometidas a un tratamiento de pirólisis térmica a temperaturas de 350 °C y 600 °C respectivamente, durante 20 min. en una mufla eléctrica bajo una

atmosfera de acceso limitado de oxígeno. Posteriormente, el material de biocarbón resultante se retiró y vació en un recipiente hermético para evitar su interacción con el oxígeno y la posible formación de ceniza; se dejó atemperar, se lavó con agua desionizada en constante agitación (250 RPM) a temperatura ambiente y se dejó precipitar el biocarbón para retirar posibles restos de ceniza.

Finalmente se guardó en tubos Falcon para su posterior análisis fisicoquímico y estructural, así como su prueba como aditivo para filamento de impresión 3D. El filamento compuesto se obtuvo mediante la mezcla de biocarbón de sargazo (1 wt%) con pellets de PLA, la cual se agitó durante 5 min. para su correcta homogeneización. Posteriormente, la mezcla fue procesada mediante extrusión con temperaturas comprendidas entre los 160 – 200 °C, logrando la formación de un filamento de PLA/biocarbón de sargazo (PLA/BCS).

Se analizó la composición y estructura molecular del alga sargazo, carbón control, y ambas muestras de biocarbón a 350 °C y 600 °C mediante un espectrofotómetro de infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR) IRAffinity-1 compacto en modo ATR. Las muestras secas y molidas fueron colocadas sobre un cristal óptico de diamante, al cual se le dirigió un haz de luz infrarroja, recolectando espectros en el rango de 4500-400 cm^{-1} . La caracterización de los especímenes de *Sargassum spp.*, *Sargassum spp.* limpio y el material de biocarbón se realizó mediante un equipo de análisis termogravimétrico en un rango de temperaturas desde el ambiental hasta los 700 °C en una atmosfera controlada (N_2) con el propósito de recabar datos de curvas TGA y DTG. El análisis morfológico de los componentes de biocarbón a 300 °C y 600 °C se realizó a través de un microscopio electrónico de barrido Hitachi SU8020 operado a un voltaje de aceleración de 5.00 kV. El análisis NMR del sargazo, biocarbón de *Sargassum spp.* y carbón control se realizó a través de un equipo de resonancia magnética nuclear (NMR) Bruker Avance en modo de análisis ^{13}C en estado sólido. El proceso de obtención de filamento e impresión 3D nos permitió observar el comportamiento del biocarbón a cargas bajas (1 wt%) como aditivo, así como su reproducibilidad.

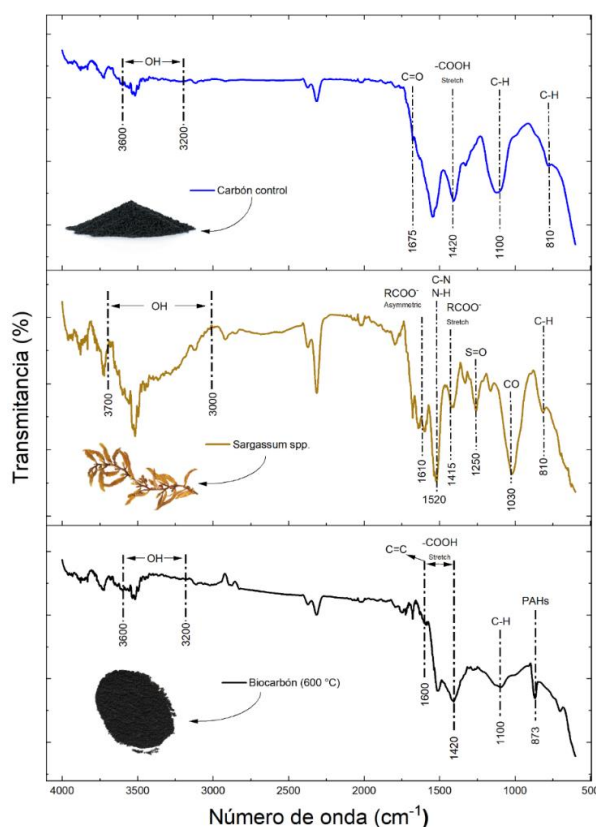


Fig. 1. Transmitancia FTIR de la muestra de sargazo limpio, el biocarbón de sargazo (600 °C) y el carbón control.

RESULTADOS Y DISCUSIONES

Análisis FTIR

En la figura 1 se muestran los espectros FTIR del sargazo limpio, el biocarbón de sargazo (600 °C) y el carbón control.

El espectro de la muestra de sargazo limpio presenta una distribución de picos anchos entre las regiones de los 3700 y 3000 cm^{-1} , correspondientes a los grupos O-H. El pico en 1610 cm^{-1} corresponde a un estiramiento asimétrico de carboxilato (RCOO^-), esto sugiere la presencia de monómeros como el ácido mannurónico, gulurónico y urónico del componente de alginato de sodio. El pico en 1520 cm^{-1} está asociado a la disposición de enlaces peptídicos en proteínas y glucoproteínas (C-N, N-H). El pico en 1415 cm^{-1} corresponde al estiramiento simétrico de carboxilato (RCOO^-). La región entre 1250 y 1030 cm^{-1} se sugiere que podría corresponder principalmente a grupos funcionales como el carbonilo (C=O) y grupos sulfatos (S=O) presentes en la matriz de sargazo. El pico en 810 cm^{-1} podría estar asociado a las vibraciones de anillos aromáticos (C-H) de compuestos fenólicos.^{7,8} Los espectros para las muestras de biocarbón de sargazo y carbón control son bastante similares, ambas presentan ligeras bandas O-H⁻¹ en la región de los 3600 y 3200 cm^{-1} . En la región de 1600 – 1700 cm^{-1} se puede observar para el caso del carbón control el desplazamiento y solapamiento hacia la región en 1400 cm^{-1} , esto se puede deber al oxígeno superficial producto de su procesamiento, lo cual, permite la formación de enlaces C=O. Por otro lado, en el caso del biocarbón de sargazo se observa un enlace C=C en el pico situado en 1600 cm^{-1} , asociado a estructuras aromáticas condensadas (una red aromática más pura), lo que indica una menor presencia de oxígeno superficial. El pico en 1420 cm^{-1} está asociado al estiramiento del ácido carboxílico ($-\text{COOH}$), el desplazamiento de la banda hacia la región de 1420 cm^{-1} se asocia a las altas temperaturas en el proceso de pirólisis rápida. El pico en 1100 cm^{-1} corresponde al estiramiento del grupo C-H de los compuestos aromáticos. Finalmente, el pico en 873 cm^{-1} se asocia a la existencia de hidrocarburos aromáticos policíclicos (PAHs) por efecto de la pirólisis rápida.⁹⁻¹¹

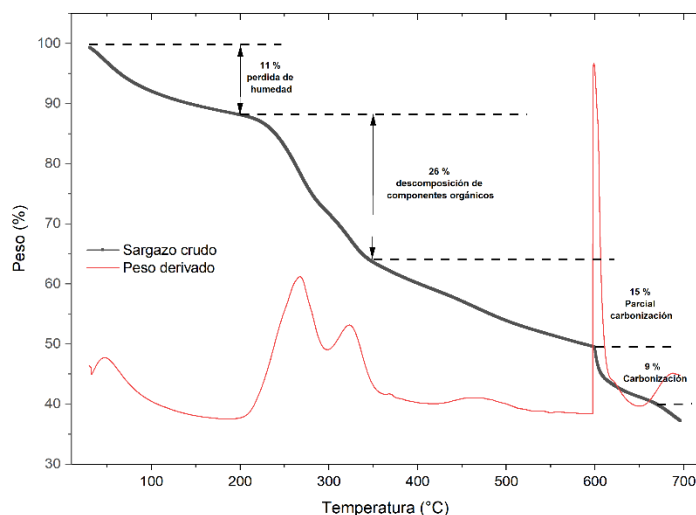


Fig. 2. Análisis termogravimétrico de la muestra de *Sargassum* spp. crudo.

Análisis TGA

En la figura 2 se observa el análisis termogravimétrico (TGA) con su respectiva curva derivada (DTG) de la muestra de sargazo crudo. La curva en color negro respresenta la perdida gradual, pero con distintos porcentajes de perdida en cada fase de temperatura, los cuales se describen a continuación:

Temperatura ambiente – 199 °C. En este intervalo se observa una disminución del peso de aproximadamente el 11%, lo cual podría corresponder a cierta cantidad de humedad retenida en la pared celular o distintas zonas del sargazo. Así mismo, existe un pequeño pico en la curva derivada que corrobora esta pérdida de humedad aparente. Seguidamente la curva se mantiene constante hasta los 200 °C. De 200 – 350 °C. En este intervalo se muestra una disminución del peso de aproximadamente el 26%, se sugiere que esto puede estar asociado al deterioro de polisacáridos como hemicelulosa, alginatos, fucoidan, manitol, entre otros. En cuanto al pico DTG, muestra dos picos medianos (280 °C y 330 °C) lo cual podría deberse a la intensa descomposición volátil de los componentes orgánicos, este comportamiento se asocia a la falta de pretratamiento del alga. De 350 – 599 °C. En esta etapa se puede observar una pérdida de aproximadamente el 15%, lo cual se puede asociar a una pre etapa de carbonización, en donde componentes como la celulosa y proteínas residuales empiezan a carbonizarse, permitiendo una estabilidad aparente en el producto de biocarbón. De 600 – 699 °C. Se muestra una pérdida de aproximadamente el 9%, esta región se asocia a una transformación hacia un carbono más estable, lo cual, excusa el proceso de pirolizado a 600 °C.

Por otro lado, se puede observar un residual de entre 35 – 40 % correspondiente a la transformación de biomasa cruda a biocarbón, así mismo, esta también puede estar compuesta por trazas de cenizas minerales y componentes residuales (sales minerales o grupos sulfatos). Esto sugiere que el pretratamiento elimina significativamente un porcentaje de aproximadamente 25 – 30 % de componentes del alga cruda (sin tratamiento). Esto a su vez es un buen indicativo de la casi nula interacción entre componentes fenólicos o sulfatos que puedan alterar el biocarbón formado final. Por otro lado, el pico de la curva DTG representa la temperatura de descomposición máxima (600 °C).^{12,13}

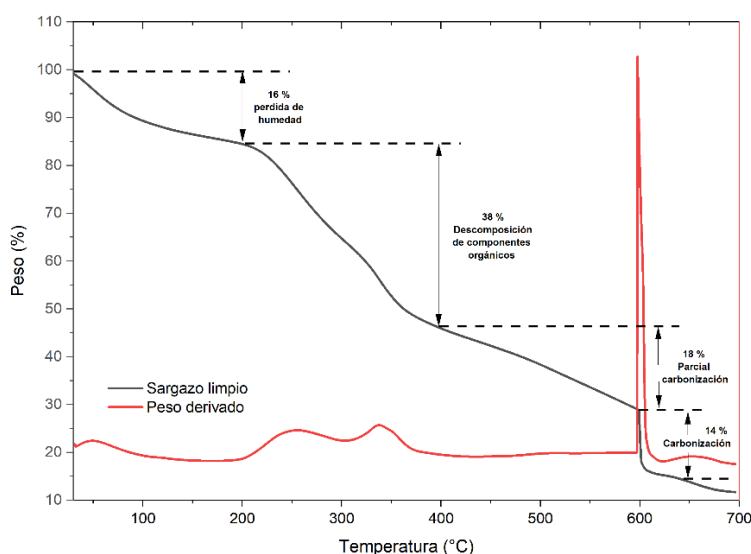


Fig. 3. Análisis termogravimétrico de la muestra de *Sargassum* spp. limpio.

En la figura 3 se observa el análisis termogravimétrico (TGA) con su respectiva curva derivada (DTG) de la muestra de sargazo limpio. El barrido de la muestra de sargazo limpio fue realizado desde la temperatura ambiente (≈ 20 °C) hasta los 700 °C, la cual se muestra a continuación:

Temperatura ambiente – 199 °C. Se muestra una disminución del peso de aproximadamente el 16%, lo cual, podría corresponder a una humedad aparente dentro de la muestra. En la curva DTG se muestra un leve pico que confirma esta pérdida, posteriormente permanece constante hasta los 200 °C. De 200 – 399 °C. Se muestra una disminución en la curva TGA y dos picos medianamente prominentes en la curva DTG. Esto se puede relacionar con respecto a la descomposición de componentes orgánicos volátiles, como hemicelulosa, restos de fucoidan, alginato, carbohidratos y demás componentes de la pared celular del alga. De 400 – 599 °C. En este intervalo se establece una pérdida menos significativa del material, lo cual, podría estar asociado a la gradual carbonización de

los componentes de celulosa, generando una parcial estabilización del biocarbón en aproximadamente el 30%. De 600 – 699 °C. Se observa una caída del 14%, al igual que sucede con la muestra sargazo crudo, esta disminución ocurre por la formación de un carbono más estable, justificando el proceso de pirólisis a 600 °C, o a su vez por la posible continua liberación de compuestos volátiles remanentes.

En adición, se puede observar un residual correspondiente a la transformación completa de biomasa cruda a biocarbón, no obstante, también podría asociarse a remanentes sutiles de cenizas o minerales. Por otro lado, el pico significativo en color rojo representa la temperatura de descomposición máxima (600 °C).^{12, 13}

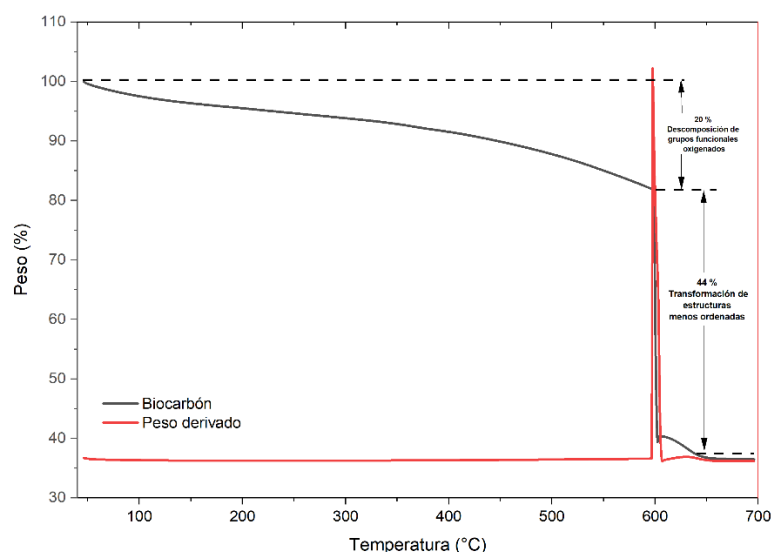


Fig. 4. Análisis termogravimétrico de la muestra de biocarbón.

En la figura 4 se observa el análisis termogravimétrico (TGA) con su respectiva curva (DTG) de la muestra del biocarbón de sargazo. Donde la curva en color negro representa la pérdida de peso con respecto a la temperatura, en la cual, se aprecian pérdidas progresivas de aproximadamente el 20 % desde la temperatura ambiente hasta llegar a los 599 °C (probablemente por la descomposición de grupos funcionales oxigenados en la superficie del carbón como, carboxilos, lactonas, fenoles). Al alcanzar los 600 °C se muestra una disminución significativa del 40 % debido al reordenamiento estructural del biocarbón. Seguidamente la curva se estabiliza en un porcentaje de biocarbón de entre el 35-40%, resultando en un biocarbón estructuralmente más ordenado. A pesar de ello, se presenta una buena estabilidad térmica del biocarbón. El pico significativo en color rojo (curva DTG) representa la temperatura de descomposición máxima (600 °C).¹²⁻¹⁵

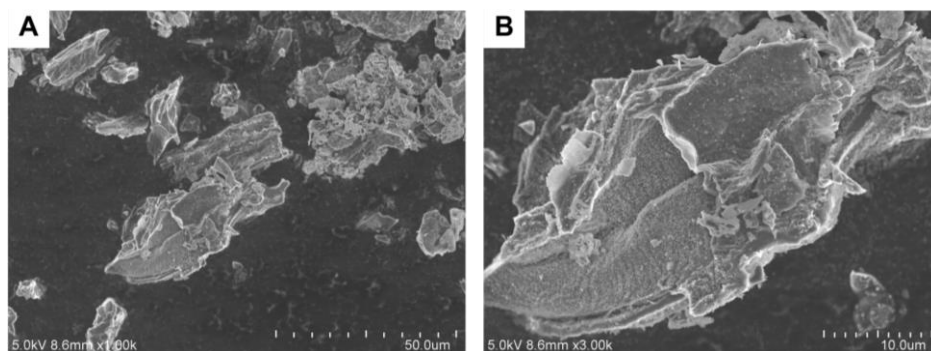


Fig. 5. Micrografías SEM de la superficie del biocarbón.

Análisis SEM

En la figura 5 se muestran las micrografías del aspecto general de la superficie del biocarbón (A y B), donde se puede apreciar una morfología heterogénea y altamente porosa, con estructuras fracturadas en formato laminar y texturas rugosas derivadas de la descomposición térmica provocada por la pirólisis. El colapso estructural existente puede relacionarse a la descomposición de componentes orgánicos volátiles provenientes de la biomasa (rica en polisacáridos). Por otro lado, la porosidad presente dentro de la red interlaminar se asocia al desarrollo de características micro/meso porosas, es decir, una clara presencia de sitios activos superficiales dentro de un área superficial efectiva, lo que es un buen indicativo para su aplicación en procesos relacionados a la adsorción (funcionalización de nanopartículas).¹⁶

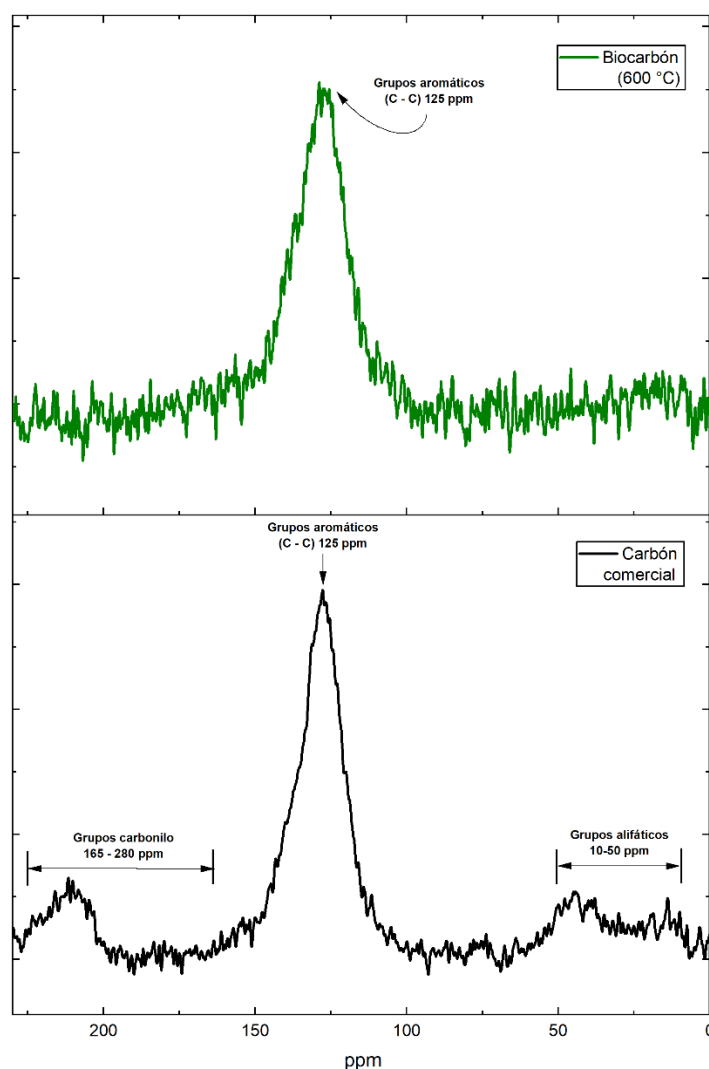


Fig. 6. Análisis de las muestras de biocarbón (600 °C) y carbón comercial por espectroscopia de resonancia magnética nuclear (NMR).

Análisis NMR

En la figura 6 se muestran los resultados de NMR para los materiales del biocarbón de sargazo, biocarbón crudo y carbón comercial. En todos los casos de los materiales carbonosos estudiados se puede apreciar un pico prominente en 125 ppm, el cual, está asociado a un espectro típico compuesto por una línea de resonancia con átomos de carbono de grupos aromáticos, que es característico en procesos de descomposición térmica. Es posible observar picos más finos en los casos del biocarbón de sargazo y la muestra de control activado, esto es debido a las temperaturas de trabajo empleadas, donde, al verse aumentadas durante el procesamiento el dominio de este pico se vuelve más relevante; caso contrario de la muestra de carbón crudo, donde se puede observar un ligero ensanchamiento del pico correspondiente a esta zona.¹⁷

Biocarbón (600 °C)

En el caso del material de biocarbón de sargazo se puede observar un pico relevante y fino en la región de 125 ppm, este pico se asocia a un espectro típico de carbono de grupos aromáticos (C-C).¹⁷ Así mismo, también se puede observar que el barrido muestra un ruido sutil con respecto a la base del espectro, esto podría relacionarse con los análisis realizados en la sección de TGA, en el cual se asocian a remanentes de minerales, así como grupos sulfatos.^{12, 13}

Carbón comercial

En el material de carbón activado comercial también se puede apreciar la presencia del pico en 125 ppm, el cual también es atribuido a la presencia de carbono de grupos aromáticos (C-C).¹⁷ Así mismo, también se puede observar una región de los 1 – 50 ppm la cual es atribuida a ligeras señales de cadenas alifáticas o de grupos alquilo. Así mismo, se puede apreciar la presencia de un pico en el intervalo de 165 – 220 ppm, el cual está asociado a los grupos carbonilos.¹⁸⁻²² Estos resultados muestran la aparición de grupos característicos correspondientes al biocarbón, logrando así demostrar una eficiente obtención de este a partir del alga *Sargassum spp.*

Impresión 3D

A partir del filamento elaborado se fabricaron piezas (figura 7) en una impresora 3D tipo FDM, modelo Creality Ender 3 V3. Se observó una procesabilidad y reproducibilidad ideales a partir de la carga al 1 wt% planteada.



Fig. 7. Impresiones 3D obtenidas a partir de filamento PLA-BCS.

CONCLUSIONES

Se obtuvieron resultados prometedores en cuanto al estudio y valorización del alga *Sargassum spp.* de la cual se obtuvieron muestras de biocarbón, a partir de su descomposición mediante pirólisis térmica. El material fue analizado a través de la técnica de microscopia SEM donde se observó la formación de una superficie micro/meso porosa del biocarbón. Así mismo, a partir de espectroscopia NMR se identificó una línea de resonancia asociada a un espectro típico compuesto por átomos de

carbono estructuralmente ordenados, característico en procesos de descomposición térmica. Se utilizó espectroscopia FTIR para el análisis de los principales grupos funcionales presentes en los materiales estudiados e identificar modificaciones estructurales producidos por el procedimiento de pirólisis. El análisis TGA permitió estudiar la estabilidad térmica del componente de biocarbón y verificar la reducción/volatilización de componentes bioactivos. El estudio de aplicación como aditivo para impresión demostró ser óptimo y reproducible al 1wt%, lo cual, permite su apertura hacia estudios en pruebas que involucren el modelado de figuras complejas, así como un análisis más detallado sobre su resistencia y manejo durante el proceso de impresión.

Los resultados fueron positivos al utilizar estos procesos, demostrando el potencial del sargazo residual como una fuente para producir materiales de alto valor junto a una metodología con potencial escalable hacia eficientes planes de gestión de residuos.

AGRADECIMIENTOS

A la SECIHTI por el programa de becas de posgrado, a la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica (UANL) por la disponibilidad de sus laboratorios y a mi equipo de trabajo.

REFERENCIAS

1. Paredes-Camacho, R. M., González- Morales, S., José Antonio González- Fuentes, Rodríguez-Jasso, R. M., Benavides-Mendoza, A., Charles- Rodríguez, A. V., & Robledo-Olivo, A. (2023). Characterization of *Sargassum* spp. from the Mexican Caribbean and Its Valorization through FermentatioCn Process. *Processes*, 11(3), 685–685. <https://doi.org/10.3390/pr11030685>.
2. Triñanes, J., Hu, C., Putman, N., Olascoaga, M., Beron-Vera, F., Goni, G., & Zhang, S. (2021). An Integrated Observing Effort for *Sargassum* Monitoring and Warning in the Caribbean Sea, Tropical Atlantic, and Gulf of Mexico. *Oceanography*, 68–69. <https://doi.org/10.5670/oceanog.2021.supplement.02-26>.
3. Tussenbroek, van, L. Verónica Monroy-Velázquez, García-Sánchez, M., Ruiz-Fernández, A. C., Valencia-Castañeda, G., Paéz-Osuna, F., Arenas, P., R. Isaac Rojas-González, & Gracia, A. (2024). Biochemistry and associated fauna of holopelagic *Sargassum* spp. in the Caribbean Sea. *Marine Biology*, 171(10). <https://doi.org/10.1007/s00227-024-04517-z>.
4. Chávez, V., Uribe-Martínez, A., Cuevas, E., Rodríguez-Martínez, R. E., Tussenbroek, van, Francisco, V., Estévez, M., Celis, L. B., L. Verónica Monroy-Velázquez, Leal-Bautista, R., Álvarez-Filip, L., García-Sánchez, M., Masia, L., & Silva, R. (2020). Massive Influx of Pelagic *Sargassum* spp. on the Coasts of the Mexican Caribbean 2014–2020: Challenges and Opportunities. *Water*, 12(10), 2908–2908. <https://doi.org/10.3390/w12102908>.
5. Caballero Vázquez, J., Acosta González, G., & Hernández Zepeda (2020). El sargazo, un fenómeno complejo. *Amc.edu.mx*. <https://www.revistaciencia.amc.edu.mx/index.php/ediciones-antteriores/edicion-actual/827-el-sargazo-un-fenomeno-complejo>.
6. Devault, D. A., Pierre, R., Hélène Marfaing, Franck Dolique, & Lopez, P.-J. (2020). *Sargassum* contamination and consequences for downstream uses: a review. *Journal of Applied Phycology*, 33(1), 567–602. <https://doi.org/10.1007/s10811-020-02250-w>.
7. Abbas, R., Luo, J., Qi, X., Naz, A., Khan, I. A., Liu, H., Yu, S., & Wei, J. (2024). Silver Nanoparticles: Synthesis, Structure, Properties and Applications. *Nanomaterials*, 14(17), 1425. <https://doi.org/10.3390/nano14171425>.
8. Peniche-Pavía, H. A., Tzuc-Naveda, J. D., Rosado-Espinosa, L. A., & Colli-Dulá, R. C. (2024). FTIR-ATR chemometric analysis on pelagic *Sargassum* reveals chemical composition changes induced by cold sample transportation and sunlight radiation. *Journal of Applied Phycology*, 36(3), 1391–1405. <https://doi.org/10.1007/s10811-023-03167-w>.
9. Oliveira, R. C., Hammer, P., Guibal, E., Jean-Marie Taulemesse, & Garcia, O. (2013). Characterization of metal–biomass interactions in the lanthanum(III) biosorption on *Sargassum* sp. using SEM/EDX, FTIR, and XPS: Preliminary studies. *Chemical Engineering Journal*, 239, 381–391. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2013.11.042>.

10. Ranguin, R., Delannoy, M., Yacou, C., Jean-Marius, C., Feidt, C., Rychen, G., & Gaspard, S. (2021). Biochar and activated carbons preparation from invasive algae *Sargassum* spp. for Chlordecone availability reduction in contaminated soils. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9(4), 105280. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105280>.
11. Obie Farobie, Apip Amrullah, Asep Bayu, Novi Syaftika, Anis, L. A., & Edy Hartulistiyo. (2022). In-depth study of bio-oil and biochar production from macroalgae *Sargassum* sp. via slow pyrolysis. *RSC Advances*, 12(16), 9567–9578. <https://doi.org/10.1039/d2ra00702a>.
12. Song, G., Guo, Y., Li, G., Zhao, W., & Yu, Y. (2019). n of tetracycline and cefradine using biochar derived from seaweed *Sargassum* sp. *Desalination and Water Treatment*, 160, 316–324. <https://doi.org/10.5004/dwt.2019.24333>.
13. Roche, S., Yacou, C., Jean Marius, C., Ranguin, R., Francoeur, M., Taberna, P.-L., Passe-Coutrin, N., & Gaspard, S. (2023). Carbon Materials Prepared from Invading Pelagic *Sargassum* for Supercapacitors' Electrodes. *Molecules*, 28(15), 5882. <https://doi.org/10.3390/molecules28155882>.
14. Ross, A. B., Anastasakis, K., Kubacki, M., & Jones, J. M. (2009). Investigation of the pyrolysis behaviour of brown algae before and after pre-treatment using PY-GC/MS and TGA. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 85(1-2), 3–10. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2008.11.004>.
15. Soroush, S., Ronsse, F., Verberckmoes, A., Verpoort, F., Park, J., Wu, D., & Heynderickx, P. M. (2022). Production of solid hydrochar from waste seaweed by hydrothermal carbonization: effect of process variables. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 14(1), 183–197. <https://doi.org/10.1007/s13399-022-02365-9>.
16. Eltaweil, A. S., Abdelfatah, A. M., Hosny, M., & Fawzy, M. (2022). Novel Biogenic Synthesis of a Ag@Biochar Nanocomposite as an Antimicrobial Agent and Photocatalyst for Methylene Blue Degradation. *ACS Omega*, 7(9), 8046–8059. <https://doi.org/10.1021/acsomega.1c07209>.
17. Freitas, J. C. C., Emmerich, F. G., Cernicchiaro, G. R. C., Sampaio, L. C., & Bonagamba, T. J. (2001). Magnetic Susceptibility Effects on ^{13}C MAS NMR Spectra of Carbon Materials and Graphite. *Solid State Nuclear Magnetic Resonance*, 20(1-2), 61–73. <https://doi.org/10.1006/snmr.2001.0030>.
18. Arnold, A. A., Genard, B., Zito, F., Tremblay, R., Warschawski, D. E., & Marcotte, I. (2014). Identification of lipid and saccharide constituents of whole microalgal cells by ^{13}C solid-state NMR. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - Biomembranes*, 1848(1), 369–377. <https://doi.org/10.1016/j.bbamem.2014.07.017>.
19. McBeath, A. V., Smernik, R. J., Krull, E. S., & Lehmann, J. (2014). The influence of feedstock and production temperature on biochar carbon chemistry: A solid-state ^{13}C NMR study. *Biomass and Bioenergy*, 60, 121–129. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2013.11.002>.
20. Li, X., Shen, Q., Zhang, D., Mei, X., Ran, W., Xu, Y., & Yu, G. (2013). Functional Groups Determine Biochar Properties (pH and EC) as Studied by Two-Dimensional ^{13}C NMR Correlation Spectroscopy. *PLoS ONE*, 8(6), e65949–e65949. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0065949>.
21. Happs, R. M., Harman-Ware, A. E., Ben, H., & Ferrell III, J. R. (2021). *Determination of Carbon Functional Groups in Pyrolysis Bio-Oils using ^{13}C NMR. Laboratory Analytical Procedure (LAP), Issue Date: October 7, 2021.*
22. Freitas, J. C. C., Cipriano, D. F., Zucolotto, C. G., Cunha, A. G., & Emmerich, F. G. (2016). Solid-State ^{13}C NMR Spectroscopy Applied to the Study of Carbon Blacks and Carbon Deposits Obtained by Plasma Pyrolysis of Natural Gas. *Journal of Spectroscopy*, 2016, 1–6. <https://doi.org/10.1155/2016/1543273>.