

Índice de la estabilidad oxidativa como referencia para el control de calidad en la producción de biodiésel

J. Deisy Santamaría Juárez^{1*}, Oscar Juárez Vidal¹, Manuel Sánchez Cantú¹, Guillermo Santamaría Juárez², Jenaro Varela Caselis³, M. Dolores Castañeda Antonio⁴, Mayte Juárez Meneses¹, Salvador López Morales⁵

¹Facultad de Ingeniería Química, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Av. San Claudio y Blvd. 18 sur Col. Jardines de San Manuel, C.P. 72570, Puebla, Pue., México.

²Instituto de Física, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.

³Centro de Vinculación y Transporte de Tecnología, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

⁴Instituto de Ciencias, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.

⁵Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Autónoma de México, CU, 04510, CDMX, México.

Fecha de recepción: 5 de noviembre de 2020 - Fecha de aceptación: 18 de marzo de 2021

Resumen

Entre los diversos combustibles, el biodiésel (BD) es considerado como una alternativa viable por su carácter renovable, no tóxico, naturaleza biodegradable y debido a su nulo contenido de azufre este genera una menor emisión de contaminantes. La baja estabilidad oxidativa del biodiésel ha limitado su almacenamiento y su aplicación en motores de automoción. Considerando que la estabilidad oxidativa depende de la calidad del biodiésel y está, a su vez, depende de la materia prima y proceso de síntesis, todos estos factores tienen que estudiarse. Por lo anterior, se determinó la estabilidad oxidativa en base al tiempo de inducción (OIT) por el método Rancimat de tres muestras de biodiésel sintetizadas mediante la transesterificación de aceite de soya (B100-S), canola (B100-C) y palma (B100-P). Las muestras fueron caracterizadas por espectroscopía FTIR-ATR. El Tiempo de Inducción a la Oxidación, (OIT, por sus siglas en inglés) para el conjunto de muestras se determinó por el método Rancimat. Los espectros FTIR-ATR de las diferentes muestras mostraron la banda característica del ácido peroxi que resulta del proceso de oxidación del biodiésel. El área de las bandas asignadas al grupo -OH del B100-S mostró un incremento después del proceso de oxidación de 16.13 unidades, B100-C de 126.29 y el B100-P de 133.83, indicando la formación del ácido peroxi a los tiempos de inducción promedio a la oxidación de 10.5 h (B100-S-oxidado), 15.5 h (B100-C-oxidado) y 20.5 h para el B100-P (B100-P-oxidado), respectivamente. En base a los resultados de la caracterización de las tres muestras de biodiésel se concluyó que el biodiésel de palma presenta la mejor estabilidad oxidativa con tiempo de inducción por arriba de 20 h a 110°C, lo que repercute en un mayor tiempo de uso y almacenamiento.

*deisy.santamaria@correo.buap.mx

Palabras clave: *Biodiésel, estabilidad oxidativa, FAME, rancimat, tiempo de inducción.*

Oxidative stability index as a reference for quality control in biodiesel production

Abstract

Surrounded by variously alternative fuels, biodiesel (BD) is viable due to its renewable, non-toxic, and biodegradable nature, its sulfur content is zero and it has less pollutant emissions. Low oxidative stability of BD limits its application in automotive engines that depend on its composition and storage conditions. Therefore, the oxidative stability of BD as a function of raw material is a parameter that is related to quality control. For this reason, oxidative stability based on induction time (OIT) was determined by the Rancimat method of three biodiesel samples synthesized by transesterification of soybean (B100-S), canola (B100-C) and palm oil (B100-P), finding that palm BD in comparison with soybean and canola, presents the best stability, as according to the regulations, it presents a higher induction time, above 20 h at 110°C, which has an impact on a longer time of use and storage. Due to its high performance, it is considered an excellent alternative. FTIR-ATR spectroscopy was used to identify the characteristic band of peroxy acid that results from the oxidation process of BD. The integration of the areas of the -OH group bands of the B100-S showed an increase of 16.13 units after the oxidation process, for the B100-C of 126.29 units and for the B100-P of 133.83. This increase in area indicates the formation of peroxy acid at the oxidation induction times of 10.5 h (B100-S-oxidized), 5.5 h (B100-C-oxidized) and 20.5 h for B100-P (B100-P-oxidized). Based on the results of the characterization of the three-biodiesel samples, it was concluded that palm biodiesel has the best oxidative stability with an induction time above 20 h at 110 ° C, which has an effect on longer use and storage time.

Keywords: *Biodiesel, Oxidative stability, FAME, rancimat, induction time*

1. Introducción

La mayor parte de los combustibles que se consumen a nivel mundial como el carbón, la gasolina, el diésel y el gas natural provienen de fuentes no renovables. La combustión de contaminantes presentes en estos genera daños irreversibles a la atmósfera. Una alternativa para disminuir dichas emisiones es utilizar combustibles amigables con el medio ambiente como el biodiésel (Narayana *et al.*, 2010). De acuerdo a la American Standards for Testing and Materials (ASTM) lo define como “ésteres mono-alquílicos de ácidos grasos de cadena larga producido a partir de lípidos renovables

como lo son aceites vegetales y grasas animales, también denominado como B100 (ASTM D6751, 2020):

La evaluación de diferentes aceites vegetales para la obtención de biocombustibles se ha convertido en una estrategia global en la producción de biodiésel, con el objetivo de reducir costos de producción, aumentar el rendimiento de la reacción, evitar el uso de materias primas consideradas como alimentos y disminuir la contaminación ambiental. (Ayadi *et al.*, 2016)

Los estándares de calidad en la producción de BD son regidos por normas que se aplican en la

industria y a quienes las demanden como una herramienta valiosa, obligada y reconocida, así mismo son aplicados para los consumidores y proveedores que solicitan garantizar la calidad y almacenamiento del BD, estableciendo parámetros definidos (Mishra *et al.*, 2021). Un parámetro en el control de calidad del BD es la estabilidad oxidativa ya que la oxidación del biodiésel en su etapa de almacenamiento puede generar pérdida de la calidad antes de ser usado.

La rancidez oxidativa, también llamada autooxidación, es una reacción en cadena que una vez iniciada continúa acelerándose hasta la oxidación total de las sustancias sensibles, es decir, se trata de la reacción de oxigenación atmosférica de los ácidos grasos insaturados. La autooxidación es un proceso complejo, que básicamente involucra las etapas de iniciación, propagación y terminación del proceso de producción del biodiésel. En la etapa de iniciación desaparecen los sustratos de oxidación, pero en la propagación aparecen productos de oxidación como los peróxidos e hidroperóxidos. (Gomes *et al.*, 2020). En la etapa de terminación, los radicales libres reaccionan entre ellos, generando productos estables, los cuales por una serie de reacciones paralelas producen los compuestos secundarios de la reacción, sean estos volátiles, como: aldehídos, cetonas y ácidos, o no volátiles como: dímeros, trímeros y polímeros, característicos de los productos con rancidez (Villanueva *et al.*, 2013). La rancidez genera una degradación primaria del BD y su polimerización por la formación de radicales libres, dando como resultado la pérdida de su calidad.

El método Rancimat es utilizado en la evaluación de la estabilidad oxidativa debido a su facilidad de manejo y reproducibilidad de resultados, que ha sido adoptado por varios estándares, incluidos AOCS Cd 12b-92, ISO

6886 y EN 14112. Es aplicable en general para grasas y aceites comestibles, así como para productos alimenticios que tengan más de un 15% de grasa (Vidigal *et al.*, 2021).

La variación en la composición del biodiésel (BD) en función de la materia prima utilizada para su producción resulta de interés en el control de calidad (Saheed *et al.*, 2020 & Thais *et al.*, 2018). Con base en esta premisa, en el presente trabajo se propuso investigar la degradación de tres muestras de biodiésel utilizando el método Rancimat, analizando la variación y cambios de los grupos funcionales de la molécula de BD, por espectrofotometría de infrarrojo, para la monitorización del área de la vibración asignada al grupo carbonilo, en la región de 1700 cm^{-1} característico de los productos de oxidación. El objetivo principal fue determinar por FTIR-ATR la formación de algún producto secundario en la reacción de oxidación causada por el método Rancimat de BD de soya, canola y palma y relacionarlo con su calidad. La técnica de FTIR-ATR (Elgharbawy *et al.*, 2021) es una alternativa para caracterizar el BD en el proceso de control de calidad, siendo una técnica económica en comparación con otras como la Resonancia Magnética Nuclear (Torres *et al.*, 2017) la cromatografía de gases (Aparamarta *et al.*, 2020) y la OXITEST (Tinello *et al.*, 2018).

2. Metodología

Se determinó la estabilidad oxidativa de tres muestras de biodiésel sintetizadas mediante la transesterificación de aceite de soya (B100-S), canola (B100-C) y palma (B100-P), además de una muestra de BD comercial (B100-comercial). En la figura 1 se muestra el esquema general de reacción de transesterificación de un aceite vegetal. Para este trabajo las muestras fueron proporcionadas por el laboratorio de biocombustibles de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.

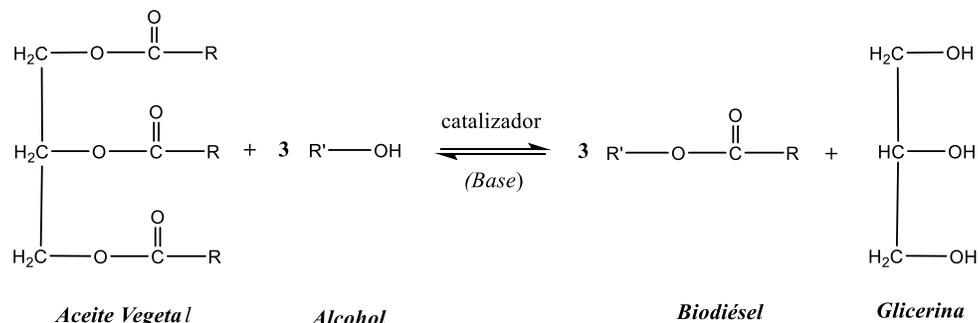


Figura 1. Esquema general de reacción de transesterificación de un aceite vegetal.

El BD fue caracterizado por espectroscopía de infrarrojo (FTIR-ATR), antes y después de someterlo al proceso de oxidación por calentamiento acelerado (Método Rancimat).

2.1 Método Rancimat

La evaluación de la estabilidad oxidativa se realizó en un equipo Rancimat modelo 873 bajo los parámetros establecidos en la norma Europea EN 14112 (Figura 2). Los parámetros que se establecieron fueron: la masa de la

muestra en fase líquida que fue de 3.0 ± 0.1 g, una temperatura de calentamiento constante de 110°C , un flujo de aire de 20 L/h (EN 14112, 2017 & Handbook 873).

Los períodos de inducción fueron proporcionados por el punto de inflexión de la curva de conductividad eléctrica y tiempo de oxidación, generada por el software Metrodata 873 biodiesel Rancimat.

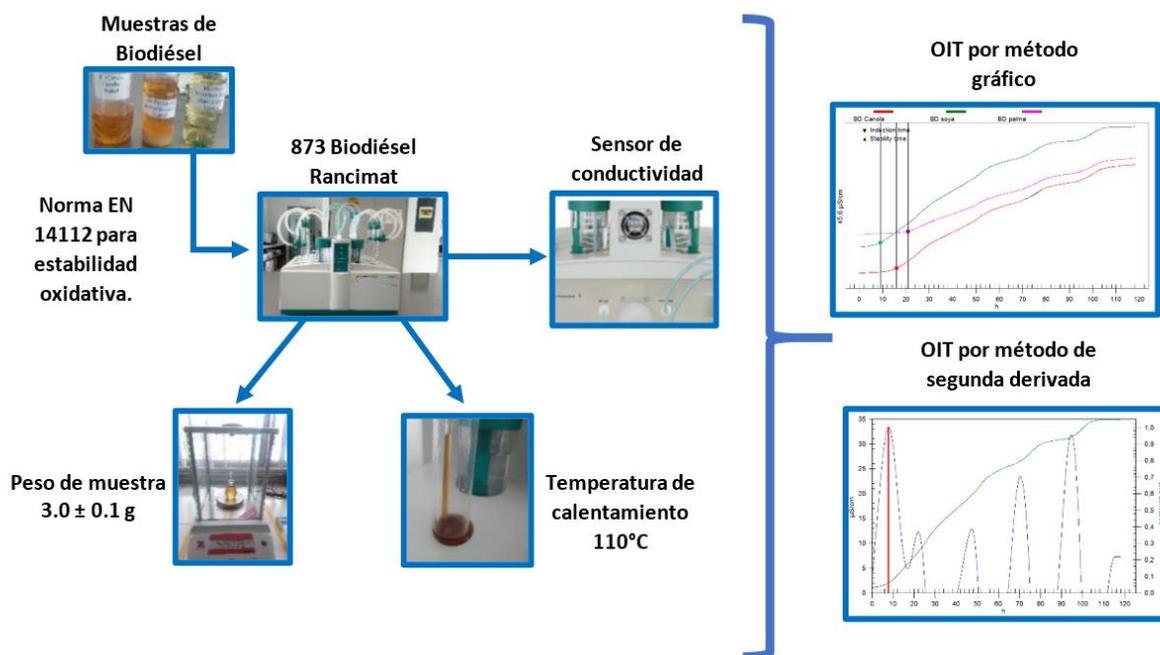


Figura 2. Esquema de la evaluación de la estabilidad oxidativa en un equipo Rancimat modelo 873.

2.2 Caracterización por FTIR-ATR

Para la caracterización por FTIR se utilizó un espectrofotómetro marca Perkin Elmer modelo Spectrum One con accesorio de ATR, en la región IR mediano de 4000 cm^{-1} a 650 cm^{-1} .

3 Resultados y discusión

Evaluación de la estabilidad oxidativa

En la figura 3, se muestran los resultados obtenidos al evaluar la estabilidad oxidativa por el método gráfico donde el punto de

inflexión de cada gráfica determina el OIT para cada muestra en B100-S (9 h), B100-C (16 h) y B100-P (21 h).

Los resultados indican una buena estabilidad oxidativa para el uso y consumo del BD (Chellappa *et al.*, 2019. & Handbook 873).

De acuerdo a los resultados de la figura 3 la conductividad incrementa de manera inmediata conforme transcurre el tiempo de oxidación, debido a la degradación de la estructura orgánica del BD (Villanueva *et al.*, 2017).

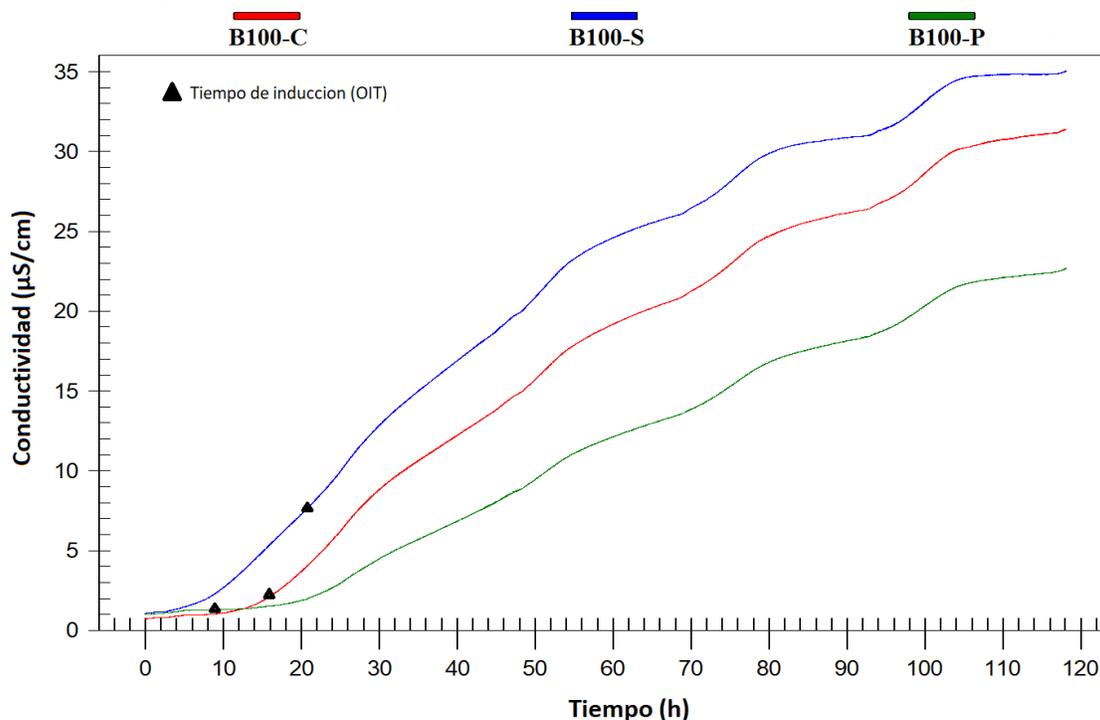


Figura 3. Estabilidad oxidativa del B100-S, B100C y B100-P a 110°C (Método gráfico)

También podemos observar en la figura 4, que los resultados de la estabilidad oxidativa OIT, por el método de la segunda derivada, se obtienen trazando una bisectriz desde la cresta del valle que sobresale de la línea de conductividad y corte hasta el eje de las horas.

De acuerdo a la figura 4 las muestras presentaron la siguiente conductividad eléctrica en el punto OIT: a) B100-S (33.25

$\mu\text{S/cm}$), b) B100-C (30 $\mu\text{S/cm}$) y c) B100-P (13.9 $\mu\text{S/cm}$). Lo anterior debido a la formación de radicales libres que interaccionan con el oxígeno formando hidropéroxido y ácidos grasos saturados volátiles generados por la oxidación del BD (Tamilalagan *et al.*, 2019). La generación de estos compuestos puede producir un mecanismo de polimerización, la cual puede ser activada por la fotooxidación o el calentamiento del BD. Los valores de

conductividad del B100-S y B100-C son cercanos debido a los productos generados por la transesterificación de los ácidos grasos característico del aceite de soya y canola. En el caso del B100-P es notable la diferencia por la transesterificación del ácido palmítico.

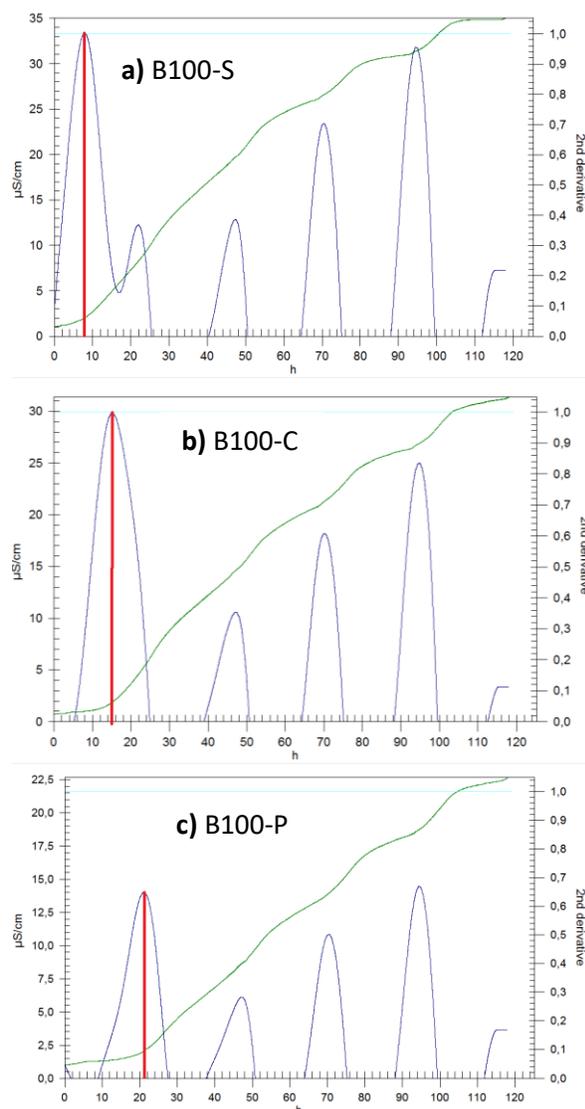


Figura 4. Estabilidad oxidativa de a) B100-S, b) B100-C y c) B100-P por el método de la segunda derivada a 110°C.

Los tiempos estimados de oxidación para el método gráfico y segunda derivada se muestra en la tabla 1, los OIT promedio fueron de 10.5 h para B100-S, 15.5 h para el B100-C y 20.5 h

para el B100-P, para la muestra de B100-comercial fue de 8 horas.

Tabla 1. Tiempos de inducción a la oxidación estimados para la estabilidad oxidativa a 110°C.

Biodiésel	Método Gráfico horas	Método de la segunda derivada horas
B100-S	9	12
B100-C	16	15
B100-P	21	20
B100-comercial	7.5	8

Fuente: EN 14112 (2017)

Al comparar los límites estándar establecidos por las normativas ASTM D6751 (ASTM, 2013), EN 14214 (CEN, 2017) y la IS 15607 (BIS, 2016) que regulan la calidad del biodiésel en Estados Unidos, Europa y la India, para su uso en motores diésel como componente de la mezcla con combustible diésel de origen fósil o uso total, las muestras analizadas cumplieron satisfactoriamente los límites mínimos requeridos establecidos por estas normas (tabla 2).

Tabla 2. Tiempos de inducción a la oxidación (OIT) límites establecidos por normativa.

Norma	Unidad	Valor mínimo
ADTM D6751		3
EN 14214	h	6
IS 15607		8

Entre los resultados del OIT, el B100-P presenta una mejor estabilidad que el B100-C y B100-S, con un rango de 20 a 21 horas.

El alto índice de estabilidad que presenta el biodiésel de palma (B100-P) se debe a que el aceite de palma posee un alto contenido de ácidos grasos saturados y monoinsaturados, y un bajo contenido de metil ésteres (Borhanipour *et al.*, 2014).

En estudios similares Vidigal *et al.*, 2021, Varghese *et al.*, 2021, Shameer *et al.*, 2017 & Symoniuk *et al.*, 2016, presentan la evaluación de estabilidad oxidativa en una variedad de FAME como son: aceite de oliva, girasol, cacahuete, nuez, aceite de maíz, avellana, linaza, palma, canola y aceite de soya a diferentes temperaturas que van de los 70 a 140 °C. Haciendo una comparativa con las muestras de biodiésel abordados en este trabajo y los referenciados, el valor de OIT del BD de soya se estima en promedio de 2.80–7.8 h, para BD canola en 3.03–4.06 h, y BD palma en 3.97–8.6 h, los cuales resultan ser valores por debajo a los obtenidos en la calidad de los empleados en este trabajo. Es así como resulta de interés tener presente la importancia de generar nuevas formas de obtener combustibles amigables con el medio ambiente y evaluar los parámetros que garanticen una buena calidad para poder conseguir un buen rendimiento.

Monitorización de la oxidación por FTIR-ATR

En la figura 5, se muestran los espectros de FTIR-ATR del a) B100-S, b) B100-C y c) B100-P, se puede observar la asignación a cada banda característica de las muestras.

En el espectro del B100-S Figura 5 a), se puede observar claramente las señales del B100-S, como son dos grupos de bandas de absorción propia de los ésteres metílicos que lo

conforman, así en la región de la huella dactilar aparece la banda en 1173 cm^{-1} originada por la deformación axial asimétrica C-O y en la región de los grupos funcionales 1738 cm^{-1} se encuentra el pico intenso correspondiente al grupo carbonilo (C=O) propio de los ésteres; formados por el proceso de oxidación. Finalmente, las bandas en 2923 y 2844 cm^{-1} asignadas al estiramiento de los enlaces -CH₃, -CH₂- propio de carbonos alifáticos. Al comparar los espectros de B100-S y B100-S-oxidado, podemos observar que son similares en la mayoría las bandas. Sin embargo, aparece en el B100-S oxidado, la banda en 3482 cm^{-1} asignada al grupo -OH de un ácido peroxi (-COOOH), así como la banda en la región de la huella dactilar en 1442 cm^{-1} del grupo δ O-H. Además, incrementa la señal en 1738 cm^{-1} asignada al grupo C=O y las bandas en 1173 cm^{-1} y 724 cm^{-1} que corresponden a los grupos ν C-O y ν O-O, respectivamente.

En la figura 5 b), se presentan la comparación de los espectros del BD100-C, se pueden observar las bandas características en 1736 cm^{-1} asignada al grupo C=O y 3477 cm^{-1} del ácido peroxi como resultado del proceso de oxidación. De igual manera en la figura 5 c), se presenta la comparación de los espectros FTIR del BD100-P.

Para cada una de las bandas características del proceso de oxidación se determinó el área de las bandas en 3482 cm^{-1} (B100-S), 3477 cm^{-1} (B100-C) y 3477 cm^{-1} (B100-P), asignada al grupo -OH de un ácido peroxi (-COOOH). Además de la banda característica del grupo carbonilo asignada en 1742 cm^{-1} , con la intención de monitorizar el cambio del área de estas bandas y relacionarla con la formación de productos de oxidación de acuerdo a los perfiles característicos de los ácidos grasos de las materias primas.

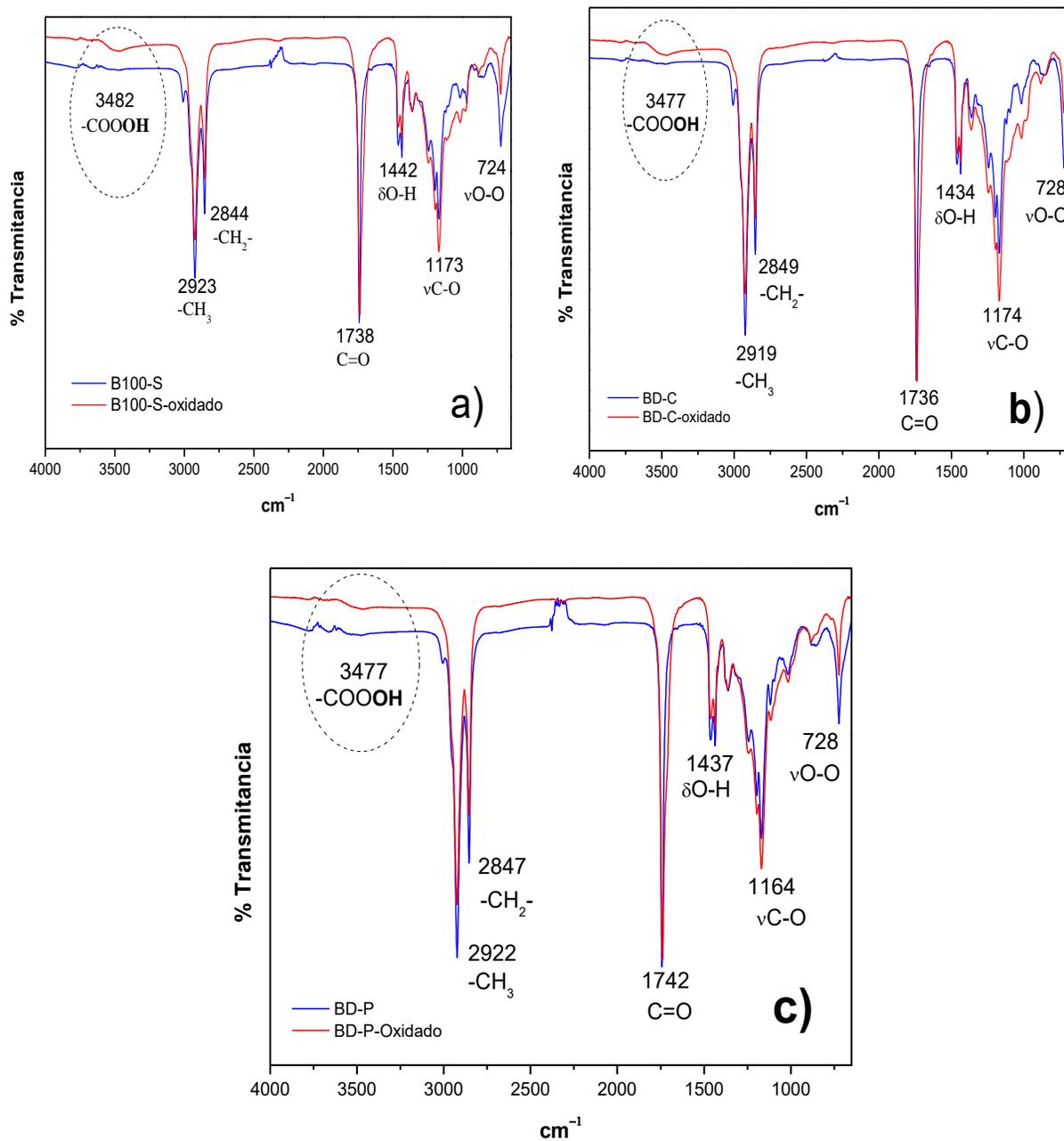


Figura 5. Espectro de FTIR-ATR del a) B100-S, b) B100-C y c) B100-P.

En la figura 6, se presentan los espectros de FTIR-ATR de las tres muestras de B100, antes y después de someterlas al proceso de oxidación por el método de Rancimat que corresponden a la vibración -OH en el rango de 3611 a 3300 cm^{-1} .

En la figura 7, se presentan los espectros FTIR-ATR que corresponde al B100-S, B100-C y B100-P para la banda asignada al grupo C=O en el rango de 1780 a 1680 cm^{-1} , antes y después del proceso de oxidación acelerada.

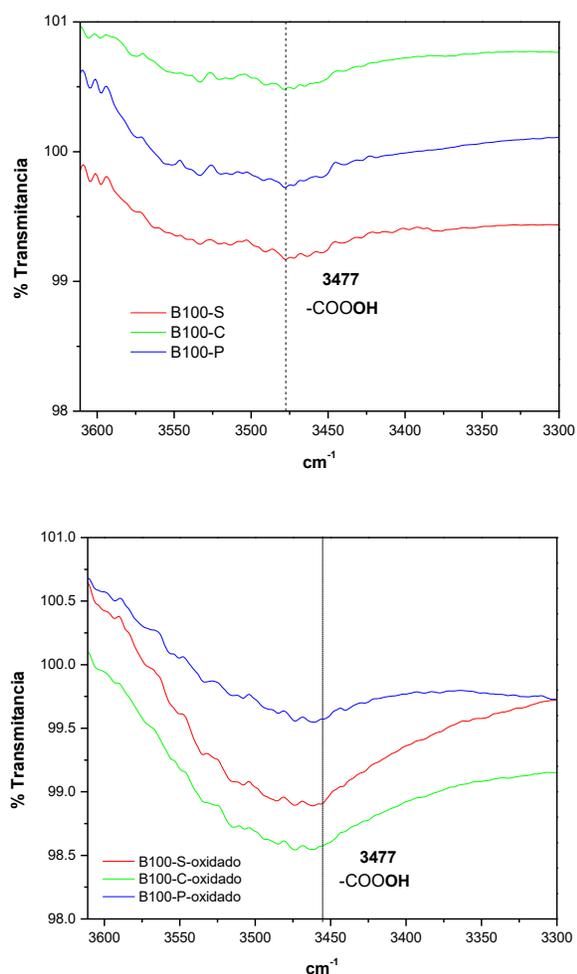


Figura 6. Espectro de FTIR-ATR del BD antes y después del proceso de oxidación.

Las áreas calculadas para el grupo $-OH$ del ácido peroxi, del BD antes y después del proceso de oxidación se muestran en la tabla 3. Los resultados indican un incremento en el área debido a la formación de ácido peroxi, relacionado con el proceso de oxidación del biodiésel.

Tabla 3. Áreas calculadas para la banda asignada al grupo $-OH$.

Muestra	Área ($cm^{-1} \cdot \%T$)	
	Proceso de oxidación	
	Antes	Después

B100-S	103.40	119.53
B100-C	60.91	187.20
B100-P	90.61	224.44

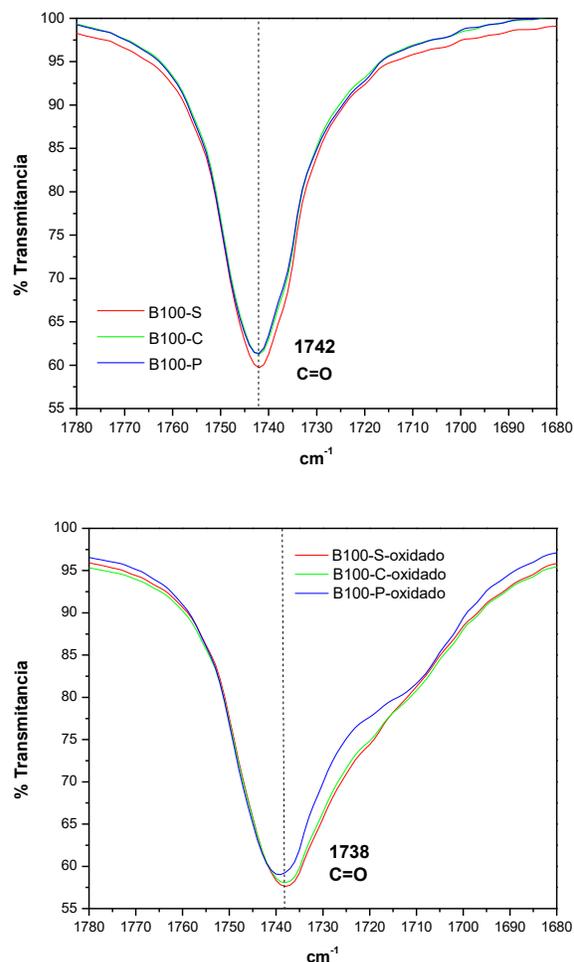


Figura 7. Espectro de FTIR-ATR del BD antes y después del proceso de oxidación.

En la tabla 4 se muestra el área de la banda asignada al grupo $C=O$ en el rango de 1780 a 1680 cm^{-1} . Los espectros de FTIR de las muestras de BD se obtuvieron de manera inmediata a su síntesis, de igual manera después de haber sometido cada BD al proceso de oxidación en el equipo Rancimat.

Tabla 4. Áreas calculadas para la banda asignada al grupo C=O.

Muestra	Área ($\text{cm}^{-1} \cdot \%T$)	
	Proceso de oxidación	
	Antes	Después
B100-S	1079.76	1711.86
B100-C	1073.05	1647.26
B100-P	1064.79	1344.44

Con respecto a la evaluación del BD por FTIR-ATR los resultados encontrados permitieron determinar la banda que se encuentra en 3482 a 3477 cm^{-1} asignada al grupo -OH, así como la banda en 1738 cm^{-1} del grupo C=O pertenecen al ácido peroxi (-COOOH), formado durante la oxidación acelerada del BD. El área de las bandas grupo -OH del B100-S mostró un incremento después del proceso de oxidación de 632.1 unidades, para el B100-C de 574.21 unidades y para el B100-P de 133.83 unidades. Las áreas de las bandas del grupo C=O del B100-S mostró un incremento después del proceso de oxidación de 632.1 unidades, para el B100-C de 279.65 unidades y para el B100-P de 279.65 unidades. Este incremento en el área indica la formación del ácido peroxi a los tiempos de inducción a la oxidación de 10.5 h (B100-S-oxidado), 15.5 h (B100-C-oxidado) y 20.5 h para el B100-P (B100-P-oxidado), estimados para la estabilidad oxidativa a 110°C.

Por lo anterior la técnica de FTIR-ATR puede ser utilizada en la evaluación cualitativa de las bandas características del ácido peroxi para establecer el control de calidad con respecto al proceso de oxidación del BD.

Conclusiones

La oxidación del biodiesel es un proceso en el cual se generan cambios significativos en sus propiedades de calidad. Como se puede evidenciar en este trabajo, en base a la estabilidad oxidativa obtenida de las tres muestras trabajadas y comparadas con los estándares de calidad de producción del biodiésel que son regidos por la norma ASTM D6751, la EN 14214 y la IS 15607 a nivel mundial, cumplieron satisfactoriamente con las especificaciones estándar que como límite se demandan en 3 a 8 horas como mínimo para la estabilidad oxidativa. El biodiesel como combustible es una buena opción para sustituir a los combustibles fósiles que tanto se han utilizado a lo largo de la historia, debido a esto es indispensable conocer qué materia prima será la necesaria para su producción y la estabilidad oxidativa del BD para su uso. El estudio que se realizó presentó que el biodiesel de palma en comparativa con el de soya y canola, presenta la mejor estabilidad, por lo que su materia prima el aceite de palma es la más apropiada para utilizarse en la producción de biodiésel ya que tendrá mayor tiempo de uso, vida y almacenaje, por su alto rendimiento se considera una excelente alternativa. Partiendo de esta conclusión se podría sugerir trabajar sobre el diseño de un envase adecuado para resguardar el producto y a la vez implementar antioxidantes que mejoren el rendimiento de la estabilidad oxidativa del biodiésel.

Agradecimientos

Los autores agradecen a la empresa Metrohm, por las facilidades otorgadas para la realización y procesamiento de las pruebas a lo largo de la elaboración de este trabajo.

Referencias

- Aparamarta, H., Gunawan, S., Husni, H., Azhar, B., Aditya, H. (2020). The effect of high oleic and linoleic fatty acid composition for quality and economical of biodiesel from crude *Calophyllum inophyllum* oil (CCIO) with microwave-assisted extraction (MAE), batchwise solvent extraction (BSE), and combination of MAE–BSE methods, *Energy Reports*. 6(2020): 3240-3248. <https://doi.org/10.1016/j.egy.2020.11.197>.
- ASTM D6751 (2020). Standard Specification for Biodiesel Fuel Blend Stock (B100) for Middle Distillate Fuels. American Society for Testing and Materials (ASTM).
- Ayadi, M., Sarma, S., Pachapur, V., Brar, S., Cheikh, R. (2016). History and Global Policy of Biofuels. *Green Energy and Technology*, 15- 29, https://doi.org/10.1007/978-3-319-30205-8_1.
- Borhanipour, M., Karin, P., Tongroon, M., Chollacoop, N., Hanamura, K. (2014). Comparison Study on Fuel Properties of Biodiesel from *Jatropha*, Palm and Petroleum Based Diesel Fuel, SAE Technical Paper 2014-01-2017. <https://doi.org/10.4271/2014-01-2017>.
- Chellappa, T., Santa Rosa, J., Santos, D., Bouffleur, R., Paiva, I., Lèger, T., Chellappa, N., Nascimento, R. (2019). Oxidative stability of blended sunflower and castor biodiesel by Rancimat and static mode *P*-DSC, *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*. 43(6): 1556-7036. <https://doi.org/10.1080/15567036.2019.1678697>.
- Elgharbawy, A., Sadik, W., Sadek, O., Kasaby, M. (2021). Glycerolysis treatment to enhance biodiesel production from low-quality feedstocks, *Fuel*. 284(2021): 118970. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.118970>.
- EN 14112 (2017). Determinación de la estabilidad frente a la oxidación, ensayo de oxidación acelerada. Asociación Española de Normalización. (UNE).
- EN 14214 (2013). Productos petrolíferos líquidos - Ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME) para motores diésel y equipos de calefacción - Requisitos y método de ensayo. Asociación Española de Normalización (UNE).
- Gomes, A., Thaís, L., Galvan, D., De Macedo, F., Borsato, D., Di E. (2020). Thermal-oxidation study of biodiesel by proton nuclear magnetic Resonance (¹H NMR). *Fuel*, 274(2020):117833. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.117833>
- Handbook 873. [873 Biodiesel Rancimat, Manual].
- IS 15607 (2016). Biodiesel (B100) – Fatty Acid Methyl Esters (FAME) – Specification, Bureau of Indian standards (BIS).
- Mishra, S., Bukkarapu, K., Krishnasamy, A. (2021). A composition based approach to predict density, viscosity and surface tension of biodiesel fuels. *Fuel*, 285 (2021): 119056. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.119056>
- Narayana, G., Ramadhas, A., Nallusamy, N., Sakthivel, P. (2010). Relationships among the physical properties of biodiesel and engine fuel system design requirement. *International*

journal of energy and environment. 1(5): 919-926.

http://www.ijee.ieefoundation.org/vol1/issue5/IJEE_16_v1n5.pdf

- Saheed, A., Oyedele, J. A., Ibukun, A., Owotomo, Y., Ruth, O., Eluwale, S., Sunday, S., Babatunde, S., Oluwafemi, O. (2020). Biodiesel potential of used vegetable oils transesterified with biological catalysts, *Energy Reports*. 6(2020): 2861-2871, <https://doi.org/10.1016/j.egy.2020.10.019>
- Shameer, M., Kasimani, R., Rajamohan, S., Ramakrishnan, P. (2017). Experimental evaluation on oxidation stability of biodiesel/diesel blends with alcohol addition by rancimat instrument and FTIR spectroscopy, *Journal of Mechanical Science and Technology*, 31(1): 455-463. <https://doi.org/10.1007/s12206-016-1248-5>.
- Symoniuk, E., Ratusz, K., Krygier, K. (2016). Comparison of the oxidative stability of linseed (*Linum usitatissimum* L.) oil by pressure differential scanning calorimetry and Rancimat measurements, *Journal of Food Science and Technology*, 53(11): 3986-3995. <https://doi.org/10.1007/s13197-016-2398-2>
- Tamilalagan, A., Singaram, J. (2019). Oxidation stability of yeast biodiesel using Rancimat analysis: validation using infrared spectroscopy and gas chromatography–mass spectrometry, *Environmental Science and Pollution Research*. 26(2019): 3075-3090 <https://doi.org/10.1007/s11356-018-3619-1>
- Thais, M., Almeida, L., Bassi, G. (2018). Characterization of the Physicochemical Properties of Different Biodiesel Samples. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 61(e18000560): 1-8. <https://dx.doi.org/10.1590/1678-4324-smart-2018000560>
- Tinello, F., Lante, A., Bernardi, M., Cappiello, F., Galgano, F., Carusa M., Favati, F. (2018). Comparison of OXITEST and RANCIMAT methods to evaluate the oxidative stability in frying oils. *European Food Research and Technology*. 244(2028): 747-755 <https://doi.org/10.1007/s00217-017-2995-y>.
- Torres, S., Acien, G., García, F., Navia, R. (2017). Direct transesterification of microalgae biomass and biodiesel refining with vacuum distillation, *Algal Research*. 28(2017): 30-38. <https://doi.org/10.1016/j.algal.2017.10.001>.
- Varghese, G., Saeed, K., Rutt, K. (2021). Determination of the oxidative stability of biodiesel fuels by near-infrared spectroscopy, *Fuel*, 290(2021): 120015. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.120015>.
- Vidigal, I., Siqueira, A., Melo, M., Giordani, D., Da Silva, M., Cavalcanti, E., Ferreira, A. (2021). Applications of an electronic nose in the prediction of oxidative stability of stored biodiesel derived from soybean and waste cooking oil. *Fuel*, 284(2021): 119024. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.119024>
- Villanueva, E., Castillo, D., Rodríguez, G. (2013). Influencia de los parámetros Rancimat sobre la determinación del índice de estabilidad oxidativa del aceite de *Sesamum indicum* L., *Scientia Agropecuaria*, 4(3): 173-180. <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=3576/357633706003>.

Villanueva, E., Rodríguez, G., Aguirre, E., Castro, V. (2017). Influencia de antioxidantes en la estabilidad oxidativa del aceite de chia (*Salvia hispanica* L.) por rancimat, *Scientia Agropecuaria*. 8(1): 19 – 27. <http://doi.org/10.17268/sci.agropecu.2017.01.02>