



Acta Universitaria

ISSN: 0188-6266

actauniversitaria@ugto.mx

Universidad de Guanajuato

México

Medina-Valtierra, Jorge; Camarillo Martínez, Gabriela; Ramírez-Ortiz, Jorge
Método para monitorear el rendimiento y contenido de metil-ésteres en el biodiesel usando la
espectroscopia vibracional IR

Acta Universitaria, vol. 21, núm. 4, septiembre, 2011, pp. 27-32

Universidad de Guanajuato

Guanajuato, México

Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=41620852003>

- Cómo citar el artículo
- Número completo
- Más información del artículo
- Página de la revista en redalyc.org

redalyc.org

Sistema de Información Científica

Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal

Proyecto académico sin fines de lucro, desarrollado bajo la iniciativa de acceso abierto

Método para monitorear el rendimiento y contenido de metil-ésteres en el biodiesel usando la espectroscopia vibracional IR

Jorge Medina-Valtierra*, Gabriela Camarillo Martínez**, Jorge Ramírez-Ortiz***

RESUMEN

El producto principal de la trans-esterificación de aceite comestible fue caracterizado por medio de la espectroscopia del infrarrojo confirmando la presencia de metil-ésteres en los mismos, así como la presencia notable de alcanos posiblemente presentes en el diesel, lo que indica que se trata de biodiesel obtenido a partir de aceite comestible. En este trabajo se considera la diferencia en intensidad de los picos en el espectro del infrarrojo en las posiciones $2\,925\text{ cm}^{-1}$ y $1\,170\text{ cm}^{-1}$, que corresponden a las vibraciones de los grupos $-\text{CH}_3$ y $\text{C}=\text{O}$ presentes en el biodiesel, diferencia que se relaciona con el rendimiento del producto y con otras propiedades a través de un modelo matemático que prediga el comportamiento de la variabilidad de diferentes factores. Se puede obtener información a partir del modelo matemático generado con la relación de intensidades de picos característicos y confirmarse con pruebas experimentales. Esto para emplear el modelo matemático para pronosticar diferentes propiedades inherentes sin necesidad de llevar a cabo la experimentación, disminuyendo tiempo y costos.

ABSTRACT

Trans-esterification main product from corn oil were synthesized and characterised by infrared spectroscopy technique, detecting methyl-esters and normal paraffins, compounds present in diesel and confirming that biodiesel from fresh and cooking oil was obtained. In this work, the difference for infrared peaks intensities at $2\,925\text{ cm}^{-1}$ and $1\,170\text{ cm}^{-1}$, that correspond to vibrations of $-\text{CH}_3$ and $\text{C}=\text{O}$ groups in biodiesel, was related with product yield and other proprieties through a regression model that fit behaviour of several factors. Important information is generated from this mathematical model combining handling factors and using differences between two infrared typical peaks in order to predict inherent proprieties, reducing thus time and costs.

Recibido: 30 de mayo de 2011

Aceptado: 19 de julio de 2011

INTRODUCCIÓN

Durante la última década, las preocupaciones ambientales han llevado a la búsqueda de combustibles renovables. Por ejemplo, en Brasil el gobierno ha permitido el uso comercial de las mezclas de biodiesel, introduciendo al biodiesel en la matriz energética brasileña. Hoy en día, Brasil requiere la adición del 5 % (B5) de biodiesel pero en otros países el porcentaje de biodiesel es mayor hasta concentraciones del 30 %.

La adición de biodiesel en el diesel presenta varias ventajas. El biodiesel tiene un mayor número de cetano que el combustible diesel, no contiene compuestos aromáticos y casi no tiene azufre y además contiene entre un 10 % y 12 % en peso de oxígeno. Los motores que utilizan biodiesel como combustible producen menos

monóxido de carbono, hidrocarburos y emisiones de partículas que los motores a diesel de petróleo. El biodiesel mejora la lubricidad, lo que resulta en una larga vida para los componentes del motor. El punto de ignición del biodiesel es también más alto que el diesel. Aunque el punto de ignición no afecta directamente a la combustión, esto hace al biodiesel más seguro en términos de almacenamiento y transporte (Soares *et al.*, 2008).

Palabras clave:

Biodiesel; aceite comestible; espectroscopia IR; picos característicos; modelos matemáticos.

Keywords:

Biodiesel; corn oil; IR spectroscopy; characteristic peaks; math models.

*Departamento de Ingeniería Química y Bioquímica, Instituto Tecnológico de Aguascalientes. Av. Adolfo López Mateos No. 1801 Ote., Fracc. Bona-Gens, C.P. 20256. Aguascalientes, México. Correo electrónico: jormeval@yahoo.com

**Centro Universitario de los Lagos, Universidad de Guadalajara, Av. Enrique Díaz de León No. 1144, Col. Paseos de la Montaña, C. P. 47460, Lagos de Moreno, Jal., México. Correo electrónico: gabita2480@yahoo.com.mx

***Universidad Autónoma de Zacatecas, Unidad Académica de Ciencias Químicas, Campus Universitario UAZ Siglo XXI, Km 6 Carr. Zacatecas-Guadalajara S/N Ejido La Escondida, C.P. 98160 Zacatecas, México, Correo electrónico: jramirez@uaz.edu.mx.

Sin embargo, hay algunos inconvenientes para el biodiesel. El biodiesel tiene un mayor costo que el combustible diesel, debido principalmente al costo de los aceites vegetales vírgenes. Las propiedades de flujo en frío del biodiesel son pobres, y estas propiedades pueden causar problemas en el arranque de los motores, lo que limita el uso del biodiesel en climas fríos. Otra desventaja del biodiesel es su tendencia a oxidarse en el aire, especialmente a altas temperaturas. El valor calorífico del biodiesel es aproximadamente un 8 % más bajo del diesel. Cuando el motor a diesel es alimentado con biodiesel, se produce un leve aumento en las emisiones de NOx en comparación a los motores de diesel de petróleo, debido a la combustión y a las propiedades del combustible.

El biodiesel es un combustible que está formado por ésteres mono-alcilados de ácidos grasos de cadena larga derivados de aceites y grasas vegetales o animales que reúnen las especificaciones ASTM D6751 y es designado como B100 según la Sociedad Americana para la Prueba de Materiales (ASTM). El método más común para la obtención de biodiesel es la trans-esterificación de triglicéridos de aceite vegetal con metanol y un catalizador alcalino produciendo glicerol como subproducto, como se muestra en el esquema de reacción de la figura 1, que representa la trans-esterificación de triglicéridos (aceite vegetal) con metanol para producir ésteres metílicos de ácidos grasos (biodiesel).

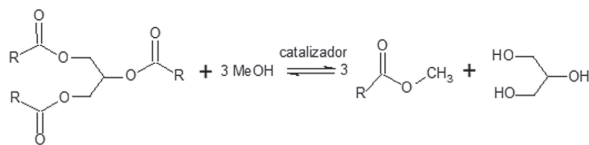


Figura 1. Esquema que representa la reacción de trans-esterificación

A medida que la producción y el uso de biodiesel han aumentado, las posibilidades de adulteración de las mezclas de biodiesel con diesel de petróleo, también van en aumento. Además, existe una necesidad urgente de controlar de una manera práctica la conversión y rendimiento de aceite vegetal en biodiesel a nivel de planta. Por otro lado, la estimación rápida y confiable de la viscosidad y el contenido de alquilesteres en el biodiesel es un punto muy importante cuando se quiere cumplir con los estándares establecidos (Oliveira *et al.*, 2006). Por todo esto, en el presente trabajo hemos intentado desarrollar un método analítico sencillo, rápido y confiable y para enfrentar y resolver los cuestionamientos antes mencionados.

Hay muchos métodos analíticos como la cromatografía de gases con detector de ionización de flama (GC-FID), la espectroscopia de infrarrojo cercano (NIR), resonancia magnética nuclear (RMN), viscosimetría y espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), para el análisis del biodiesel (Chien *et al.*, 2009). Se han utilizado recientemente el análisis termogravimétrico para la cuantificación de biodiesel (Chand *et al.*, 2009). Sin embargo muchos de esos métodos son desarrollados para el monitoreo de la reacción de trans-esterificación o la composición de las mezclas o la adulteración. No hay un sólo método que pueda realizar las tres tareas.

Por otro lado, RMN es una técnica muy buena para el análisis del biodiesel, pero es un instrumento muy costoso de utilizar y mantener todos los días en la base de una planta o cerca de la unidad de mezclado. Además de estas limitaciones, la mano de obra necesaria es costosa para utilizar estas técnicas. Por lo tanto, su amplio uso en las plantas y unidades de mezclado es un punto de preocupación para los fabricantes y distribuidores.

Los métodos espectroscópicos sustituyen cada vez más a procedimientos analíticos químicos húmedos. Las espectroscopias vibracionales (IR, NIR y Raman) han aumentado en uso debido a su bajo costo, menor tiempo de análisis, carácter no destructivo, pequeña cantidad de la muestra, la precisión y fiabilidad cuando se asocia con métodos quimiométricos.

La espectroscopia FTIR, FTNIR y FT-Raman con el uso de mínimos cuadrados parciales (PLS) en modelos de calibración multivariante se han utilizado recientemente con gran éxito para el análisis de biodiesel (Flores-Ferráo *et al.*, 2011). FTIR es un método rápido, barato, fiable, preciso y no destructivo para el análisis del biodiesel. La ciencia del FTIR es mucho más madura, y las bibliotecas de las bandas de IR están disponibles para los componentes del análisis. Cabe señalar que puede requerir mucho tiempo para la preparación de la muestra, pero que es comparable a otras técnicas, tales como las cromatografías de gases y líquidos (GC y HPLC, por sus siglas en inglés) y RMN. Sin embargo no requieren el uso de normas internas para la cuantificación, como en el caso de GC y HPLC, y no es tan costosa y no requiere de tanto tiempo como la espectroscopia RMN. Además, la exactitud de la calibración se puede mejorar mediante el aumento del número de muestras de calibración y muestras de validación. Otros investigadores han utilizado el método de calibración PLS usando FTIR para

analizar mezclas de aceite de soya crudo y biodiesel a partir de diferentes fuentes, como el algodón, ricino y aceite de palma (Charoenchaitrakool y Thienmethangkoon, 2011). El método se utiliza para predecir las concentraciones de las muestras desconocidas cuando se realiza el análisis. Por supuesto, una de las etapas de validación de la muestra es que se permita verificar la exactitud de la calibración del modelo desarrollado por el software. La fuerza de esta técnica radica en el hecho de que una vez realizada la calibración y la validación del modelo se ejecuta con un número suficiente de muestras, no hay necesidad de calibración adicional. El mismo modelo de calibración se puede utilizar, siempre y cuando los materiales sigan siendo los mismos. Esto permite que cualquier trabajador de las plantas de biodiesel del departamento de control de calidad, puedan utilizar el FTIR para determinar la concentración y la calidad de biodiesel, cualquiera que sea, durante la reacción de trans-esterificación, o en mezclas y en casos de adulteración del aceite.

En este trabajo se consideraron las diferencias en intensidad entre los picos en $2\,925\text{ cm}^{-1}$ y $1\,170\text{ cm}^{-1}$ mismas que se relacionan, según será explicado, con el rendimiento del biodiesel y con otras propiedades para emplear un modelo matemático que prediga el comportamiento de la variabilidad de diferentes factores sin necesidad de llevar a cabo la experimentación, disminuyendo tiempo y costos.

MÉTODOS

Un lote de aceite de freidora usado en este trabajo, se obtuvo de una cafetería donde se preparan diversas frituras. Antes de ser usado como reactivo para la producción de biodiesel, el aceite de desecho fue filtrado. Finalmente tanto el aceite usado como un aceite comercial que fue comprado, se secaron en una estufa con aire estático a $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 3 h.

Una zeolita tipo Y grado ultra-estable (USY de Zeolyst) con relación Si/al de 15 fue usada como catalizador ácido en la síntesis del biodiesel mediante un proceso de trans-esterificación del aceite vegetal. Las propiedades estructurales y texturales del material zeolítico fueron proporcionadas por el proveedor; área superficial de $770\text{ m}^2/\text{g}$ y acidez de $0.320\text{ mmol de NaOH/g}$.

Los experimentos del proceso de trans-esterificación fueron realizados en un reactor intermitente a condiciones cercanas al punto crítico del metanol, que es el otro reactivo.

El sistema consiste de un tubo de acero inoxidable de 60 ml que se sumerge en un baño de sales fundidas que a su vez está rodeada de una chaqueta eléctrica para el calentamiento de mezcla de sales. La chaqueta es conectada a un controlador de temperatura auxiliado de resistencias eléctricas conectado a su vez a un lector digital que permite monitorear la temperatura deseada.

En la reacción química del aceite para obtener biodiesel, se varía la cantidad de catalizador de 0.1 gr a 0.5 gr, así como la temperatura de reacción de $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $240\text{ }^{\circ}\text{C}$ y la relación metanol/aceite de 2 a 5 de acuerdo a un diseño de experimentos. Cada corrida se llevó a cabo en duplicado para cada tipo de aceite (nuevo y usado procedente de freidora).

Una vez calentadas las sales a la temperatura deseada, se procede a pesar la cantidad de catalizador de acuerdo a cada prueba mostrada en un diseño de experimentos. Posteriormente se mide la cantidad necesaria de metanol para llevar a cabo la prueba seleccionada, y se mezcla con el catalizador mediante agitación mecánica hasta hacer homogénea la mezcla para así ser vertida en el reactor a utilizar. Después se mide la cantidad de aceite (nuevo o usado), necesaria a reaccionar y se vierte en el mismo recipiente que contiene el metanol con el catalizador y se vuelve a agitar, después de vaciarlo en el reactor, éste se sella. Una vez preparado el reactor con la muestra se sumerge dentro de las sales fundidas del recipiente metálico. Cabe señalar que en todos los casos, la transferencia de calor hacia el reactor es muy rápida y en menos de 30 s, las sales bajan a una temperatura $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ menos con respecto a su temperatura inicial, siendo la temperatura final la que se toma como temperatura de reacción.

Las presiones dentro del reactor durante el experimento fueron calculadas con la ecuación de gases ideales usando la temperatura de reacción, la densidad del metanol y el volumen del reactor. De aquí que se manejaron presiones muy altas entre 160 atm y 180 atm dependiendo directamente de la temperatura en el reactor. Cabe mencionar que la temperatura y presión en el punto crítico del metanol es de $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 200 atm.

Al terminar el tiempo de reacción que es considerado para todas las pruebas de 20 minutos (estudio basado en pruebas preliminares), se retira inmediatamente el reactor de la chaqueta de calentamiento y se coloca en un depósito de agua fría con el propósito de parar la reacción. Finalmente, cuando el reactor ya se ha enfriado, se abre

y se vierte la mezcla sólido-líquido en un tubo de ensaye para su posterior separación y análisis.

La mezcla obtenida del reactor (metanol + biodiesel + glicerol + catalizador) es decantada con el propósito de separar de ella el catalizador contenido al fondo del tubo que la contiene y la fase líquida es colocada en un equipo de destilación, con la finalidad de separar el exceso de metanol contenido en ésta. Después, la muestra resultante (biodiesel + glicerol), es separada nuevamente por decantación, ya que el glicerol se va al fondo de la solución por ser más viscoso y presentar una apariencia gelatinosa, obteniéndose así en la parte de encima, el biodiesel producido para cada prueba. Una vez obtenido el biodiesel, es caracterizado en primera instancia mediante la determinación del rendimiento, basándose en la ecuación 1 (Charoenchaitrakool y Thienmethangkoon, 2011).

$$\frac{\text{Volumen de Biodiesel seco}}{\text{Volumen de aceite} + \text{Volumen de alcohol reaccionado}} \times 100 \quad (1)$$

También se determina la viscosidad del biodiesel con ayuda de un viscosímetro de Ostwald, este resultado es empleado para obtener más tarde la cantidad de metil-ésteres (*ME*) contenidos en el biodiesel empleando la ecuación 2 (Brito *et al.*, 2007), Generalmente, el producto con menos viscosidad es aquél con un alto contenido de *ME*. Cabe señalar que existe una correlación empírica entre la viscosidad (μ) y el contenido de *ME*, siendo la cantidad de *ME* el dato que refleja la calidad del biodiesel obtenido, ya que a mayor cantidad de *ME*, mayor será la calidad del mismo.

$$ME = -0.2187 \ln \mu + 0.9466 \quad (2)$$

Donde *ME* es la concentración de metil-ésteres en mol/lit y μ es la viscosidad dinámica en centipoises (cP).

Una parte importante en la caracterización del biodiesel es conocer la evolución de los grupos funcionales que conforman tanto al aceite (ácidos orgánicos) como al biodiesel (ácidos grasos no reaccionados + metil-ésteres). Para ello las muestras de biodiesel y los aceites utilizados en la reacción química se someterán al análisis de la espectroscopia IR, para después llevar a cabo un análisis cualitativo de los espectros obtenidos y los reportados en la literatura, comprobando de esta manera la presencia de los grupos funcionales característicos del biodiesel.

Es sabido que la espectroscopia IR es el método más comúnmente usado para determinar el contenido de biodiesel en diesel de petróleo (Soares *et al.*, 2008; Prates *et al.*, 2010), contenido de ésteres en el

biodiesel (Oliveira *et al.*, 2006) y control de la calidad del biodiesel (Lima *et al.*, 2008). En base a la literatura, este método analítico presenta ventajas con respecto a técnicas conocidas como la cromatografía de gases o líquidos, RMN o la Termogravimetría (TG). Entre las ventajas podemos mencionar, que no hay pérdida de la muestra, no es necesaria ninguna preparación especial a la muestra y sobre todo es una técnica que da resultados de una manera rápida.

Para aplicar la técnica de la espectroscopia IR a las muestras de biodiesel, una película oleica se colocó sobre la ventana ATR de cuarzo de un equipo ABB FT-IR Lab Analyser modelo MB3000, en un rango de longitudes de onda de 400 nm a 4 000 nm. Para todos los espectros que obtuvimos, se usó una acumulación de 32 barridos con una resolución de 16 cm^{-1} .

Por otro lado, los espectros se sometieron a un análisis detallado para ver la posibilidad de relacionar intensidad de algunos picos característicos de ciertos grupos funcionales con las propiedades inherentes del producto (Chien *et al.*, 2009).

El biodiesel lo mismo que el aceite vegetal absorbe en la región de 2 750 cm^{-1} - 3 000 cm^{-1} correspondiente a los modos de vibración de $-\text{CH}_2$ y $-\text{CH}_3$. A medida que los triglicéridos presentes en el aceite se transformen en ésteres metílicos cuando el reactivo es metanol, los grupos $-\text{CH}_3$ aumentan en el biodiesel (figura 1) compuesto principalmente de alquil-ésteres de ácidos grasos y por consiguiente la intensidad del pico en $\sim 2925 \text{ cm}^{-1}$ también aumenta un poco. Por otro lado, los picos entre 1 170 cm^{-1} y 1 183 cm^{-1} se asignan a la banda de vibración asimétrica de los enlaces O-C-C (Silverstein y *et al.*, 1991). Estos enlaces están presentes en los triglicéridos que tienden a disminuir al romperse los enlaces C-C para dar como resultado tres ésteres metílicos por cada triglicérido, producto que ha perdido los grupos O-C-C como se muestra en la figura 2. Sólo en el caso de que se use un alcohol con un número mayor de átomos de carbono, se conserva el número de estos grupos.

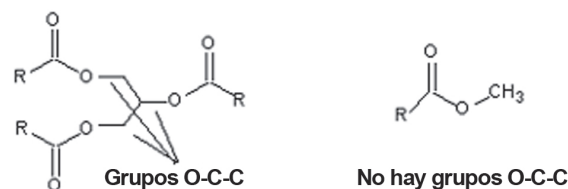


Figura 2. Ubicación de los grupos O-C-C en los triglicéridos

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se seleccionaron al azar varias muestras para analizarlas por la técnica de espectroscopia IR y buscar alguna relación entre la intensidad de picos característicos y el rendimiento a biodiesel, viscosidad y contenido de metil-ésteres. En la figura 3 se muestran algunos de los espectros correspondientes al análisis de espectroscopia de IR del biodiesel a partir de aceite nuevo. Las claves corresponden al diseño de experimentos y es una combinación tabulada de las tres variables, cantidad de catalizador, temperatura de reacción y relación metanol/aceite

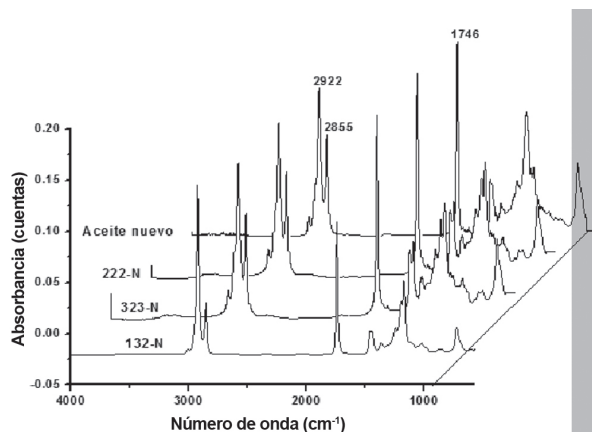


Figura 3: Espectros de biodiesel obtenidos a partir de aceite nuevo.

En la figura 4 se muestran igualmente algunos de los espectros obtenidos para biodiesel a partir de aceite usado.

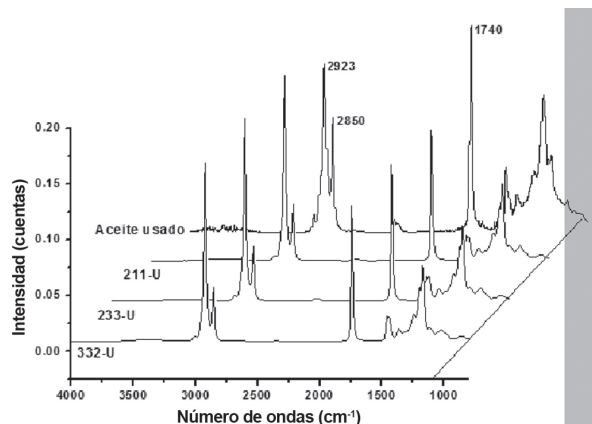


Figura 4: Espectros de biodiesel obtenidos a partir de aceite nuevo.

Como se puede observar en las figuras, existe una gran similitud en la posición de los picos obtenidos y que indican la presencia de grupos funcionales característicos tanto del aceite como del biodiesel (Baig y Ng, 2010), los cuales se pueden apreciar en ambas figuras, siendo la única diferencia la mayor intensidad del pico en 2922 cm^{-1} que corresponde a grupos metilo. Para llevar a cabo un análisis más completo de los espectros anteriores, estos se compararon con espectros mostrados de la literatura (Nareesh *et al.*, 2009).

En este estudio, las diferencias en la intensidad de los picos en las estrechas regiones de 2925 cm^{-1} y 1170 cm^{-1} para el biodiesel y el aceite original son considerados para aplicar la ecuación 3. Ya que la diferencia de estas señales IR en el aceite se considera como una referencia para calcular el parámetro o factor X predicho por esta ecuación.

$$X = (I_{2925} - I_{1170})_{\text{Biodiesel}} / (I_{2925} - I_{1170})_{\text{Aceite}} \quad (3)$$

La ecuación anterior puede relacionar el porcentaje de biodiesel obtenido con algunas propiedades específicas del biodiesel como es la viscosidad expresada en cP. Si la diferencia de $I_{2925} - I_{1170}$ es alta, entonces el contenido de metil-ésteres en el producto será bajo. Por otra parte, cuando los ácidos grasos libres (FFA), con mayor contenido en un aceite de freidora o de re-uso, sufren una reacción de esterificación en presencia de un catalizador ácido, se nota un ligero incremento de grupos $-\text{CH}_3$ y por lo tanto un incremento adicional en la intensidad de picos en la región IR de 2925 cm^{-1} . Este incremento adicional se nota en los productos del aceite usado. El espectro del aceite, nuevo o usado, presenta una intensidad mayor para el pico en 1740 cm^{-1} respecto al pico en 2923 cm^{-1} .

Según el esquema de la trans-esterificación, por cada metil-éster formado hay una transformación de un grupo $-\text{CH}_2-$ a un grupo $-\text{CH}_3$. Cabe señalar que el pico en 1740 cm^{-1} corresponde al grupo carboxilo $\text{C}=\text{O}$ presente tanto en los ácidos del aceite como en los ésteres. Esta diferencia en los picos señalados se invierte notoriamente en los espectros de biodiesel del aceite usado. Este cambio también se da en el biodiesel del aceite nuevo pero no es tan notorio.

Las relaciones encontradas entre el factor X, obtenido de los espectros IR, y los rendimientos a biodiesel o viscosidades del producto, obtenidos del diseño de experimentos, se presentan en las figuras 5 y 6 para el aceite nuevo y para el aceite usado, respectivamente.

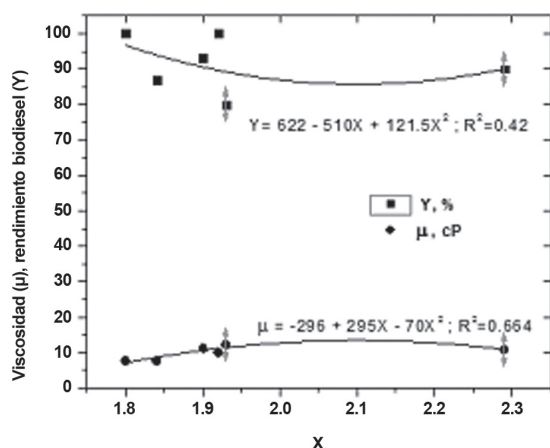


Figura 5: Relaciones prácticas para el rendimiento y la viscosidad del biodiesel obtenido de aceite nuevo.

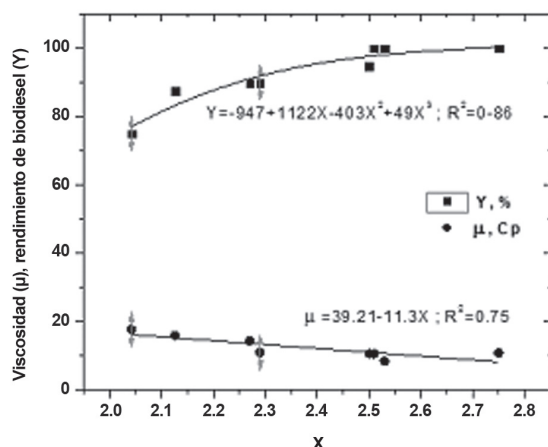


Figura 6: Relaciones prácticas para el rendimiento y la viscosidad del biodiesel obtenido de aceite usado.

De tales relaciones se obtienen modelos matemáticos diferentes desde polinomios de 1.^{er} a 3.^{er} orden los cuales dieron un mejor ajuste para los resultados obtenidos del aceite usado que para el aceite nuevo, esto debido a la variabilidad que existe en los resultados obtenidos del biodiesel de aceite nuevo.

CONCLUSIONES

Usando la espectroscopía IR se identificaron satisfactoriamente los grupos y enlaces de componentes característicos del biodiesel. Del análisis de la intensidad de picos en los espectros IR se nota que la

relación entre intensidades para diferentes picos, va cambiando conforme aumenta el contenido de metil-ésteres y por consiguiente la calidad del biodiesel. Se propusieron modelos matemáticos que manejan una relación de intensidad de picos característicos respecto a propiedades específicas del producto de la transesterificación. Se encontró que sólo para el aceite de freidora se obtuvo un ajuste aceptable con el modelo matemático, con la posibilidad de lograr mejores ajuste si utilizamos una mayor cantidad de espectros IR en los cálculos realizados.

REFERENCIAS

- Baig, A. y Ng, F. T. (2010), A single-step solid acid-catalyzed process for the production of biodiesel from high free fatty acid feedstocks, *Energy & Fuels* Vol. 22, 1452-1464.
- Chand P., Reddy C. V., Verkade J. G., Wang T., y Grewell D. (2009), Thermogravimetric quantification of biodiesel produced via alkali catalyzed transesterification of soybean oil, *Energy & Fuels* 23, 989-992.
- Charoenchaitrakool, M. y Thienmethangkoon, J. (2011), Statistical optimization for biodiesel production from waste frying oil through two-step catalyzed process, *Fuel Processing Technology* Vol. 92, 112-118.
- Chien, Y. C., Lu M., Chai M. y Boreo F. J. (2009), Characterization of biodiesel and biodiesel particulate matter by TG, TG-MS, and FTIR, *Energy & Fuels*, 23, 202-206.
- Flôres-Ferrão, M., Souza-Viera, M., Panta-Pazos, R. E., Fachini, D., Engel-Gerbase, A. y Marder, L. (2011), Simultaneous determination of quality parameters of biodiesel/diesel blends using HATR-FTIR spectra and PLS, iPLS or siPLS regressions, *Fuel* Vol. 90, 701-706.
- Lima S. M., Izida T., Figueiredo M. S., Andrade L. H. C., Del R'e P. V., Jorge N., Buba E., y Aristone F. (2008), Analysis of biodiesel and frying vegetable oils by means of FTIR photoacoustic spectroscopy, *Eur. Phys. J. Special Topics* 153, 535-537.
- Naresh, N., Mahamuni, N., y Adewuyi, Y. (2009), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) method to monitor soy biodiesel and soybean oil in transesterification reactions, petrodiesel-biodiesel blends, and blend adulteration with soy oil, *Energy & Fuels* Vol. 23, 3773 - 3782.
- Oliveira, J. S., Montalvao R., Daher L., Suarez P. A. Z y Rubim J. C. (2006), Determination of methyl ester contents in biodiesel blends by FTIR-ATR and FTNIR spectroscopies, *Talanta* 69, 1278-1284.
- Prates, R. G. D., Augusti R. y Pereira Fortes I. C. (2010), Electrospray ionization mass spectrometry and multivariate calibration analysis: A combined protocol to quantify biodiesel in blends with petrodiesel, *Energy Fuels* 24, 3183-3188.
- Silverstein, R. M., Bassler, G. C. y Morrill T. C. (1991), *Spectrometric identification of organic compounds*, 5th ed. New York: John Wiley.
- Soares I.P., Rezende T. F., Silva R. C., Castro E. V. R. y Pereira Fortes I. C. (2008), Multivariate calibration by variable selection for blends of raw soybean oil/biodiesel from different sources using fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) spectra data, *Energy & Fuels* 22, 2079-2083.