

# Análise dos parâmetros de controle de qualidade do biodiesel e as técnicas analíticas utilizadas no processo

DOI: 10.5281/zenodo.15293127

Linara Tarusa Damascena Correa<sup>a\*</sup>

The quality control of biodiesel is crucial to ensure that the fuel complies with standards and provides good performance in engines. To achieve this, the ANP and international standards set limits for various parameters such as phosphorus, sulfur, heavy metals, glycerol, and oxidation stability. This is important to ensure the quality of the production process and energy security by examining the presence of contamination and errors in production. To monitor these contaminants, techniques such as atomic spectroscopy, chromatography, and mass spectrometry are used. Oxidation stability is also verified through specific tests, such as the Rancimat, while the presence of residual alcohols, such as methanol, is controlled by gas chromatography. With these measures, biodiesel can meet quality requirements, promoting a safer, more efficient, and sustainable fuel for the environment.

O controle de qualidade do biodiesel é crucial para garantir que o combustível esteja em conformidade com as normas e ofereça um bom desempenho nos motores. Para isso, a ANP e padrões internacionais definem limites de vários parâmetros como fósforo, enxofre, metais pesados, glicerol e estabilidade à oxidação. Isso é importante para garantir a qualidade do processo produtivo e segurança energética examinando a existência de contaminação e erros na produção. Assim, para monitorar esses contaminantes, técnicas como espectrometria atômica, cromatografia e espectrometria de massas são utilizadas. A estabilidade à oxidação também é verificada por meio de testes específicos, como o Rancimat, enquanto a presença de álcoois residuais, como metanol, é controlada por cromatografia gasosa. Com esses cuidados, o biodiesel pode atender aos requisitos de qualidade, promovendo um combustível mais seguro, eficiente e sustentável para o meio ambiente.

<sup>a</sup>Universidade de Brasília (UnB). Campus Darcy Ribeiro. Instituto de Química (IQ/UnB).

\*E-mail: linara.tarusa@gmail.com

**Palavras-chave:** Análise de controle de qualidade; biocombustível, biodiesel; técnicas para controle de qualidade; combustível.

Recebido em 20 de março de 2025,

Aprovado em 25 de abril de 2025,

Publicado em 01 de maio de 2025.

## Introdução

A crescente demanda global por combustíveis juntamente com aumento da quantidade de veículos e das atividades industriais, tem intensificado a busca por fontes alternativas de energia que sejam renováveis e ambientalmente sustentáveis. Além disso, o uso indiscriminado de combustíveis fósseis contribui para o aquecimento global. Dessa forma, é essencial a adoção de medidas que reduzam as emissões de gases de efeito estufa, de modo que preservem o meio ambiente e que continuem promovendo a segurança energética.<sup>1</sup>

Apesar de toda a motivação ambiental, a pesquisa sobre combustíveis alternativos no Brasil só foi intensificada pela primeira vez após a Primeira Guerra Mundial, impulsionada pela necessidade de garantir maior segurança energética ao país. Entre as soluções exploradas, os óleos vegetais surgiram como uma opção viável para substituir o diesel de petróleo. Assim, em 1970 essa busca resultou na criação do Programa Proóleo, uma iniciativa governamental dedicada a estudar e testar diferentes óleos como combustíveis.<sup>2,3</sup>

Os experimentos começaram envolvendo uma variedade de óleos vegetais virgens, aplicados principalmente em caminhões e máquinas agrícolas. No entanto, no decorrer de diversos experimentos, foi observado algumas limitações como o uso direto desses óleos causava acúmulo excessivo de carbono nos motores, entupimento de filtros e bicos injetores, além de diluição do lubrificante e aumento da manutenção dos veículos. Portanto, na época, esses problemas tornavam a aplicação comercial inviável, exigindo soluções que melhorassem as propriedades do combustível.<sup>2,3</sup>

Nesse contexto, começaram a ser investigados os ésteres metílicos de óleos vegetais, obtidos pelo processo de transesterificação. Essa abordagem se mostrou promissora, pois gerava um combustível de menor viscosidade e com características mais adequadas para motores convencionais. Apesar do conhecimento técnico desenvolvido, o cenário econômico da época não favoreceu a adoção do biodiesel em larga escala. Diferentemente do etanol, promovido pelo Proálcool, esse biocombustível não teve o mesmo incentivo, pois o preço do petróleo ainda tornava o diesel convencional mais atrativo. Como resultado, sua implementação ficou estagnada por muitos anos.<sup>2,3</sup>

Foi apenas décadas depois que o biodiesel voltou a ganhar destaque na política energética nacional, impulsionado pela necessidade de alternativas sustentáveis. Um dos primeiros passos dessa retomada foi a realização de testes em ônibus do transporte público de Curitiba, um marco que reintroduziu o biodiesel como opção viável dentro da matriz energética brasileira.<sup>2,3</sup>

E após anos de pesquisas, no cenário atual os biocombustíveis surgem como uma alternativa promissora, e entre eles, o biodiesel tem ganhado destaque devido às suas propriedades químicas e energéticas semelhantes às do diesel de petróleo, permitindo sua aplicação em motores sem a necessidade de grandes adaptações.<sup>1</sup>

Além disso, a produção de biodiesel fortalece as economias locais por meio do desenvolvimento agrícola e da geração de empregos no setor de biocombustíveis. Outro ponto positivo são as possibilidades para pesquisadores desenvolverem trabalho nessa área, focando em tecnologias inovadoras para a produção de combustíveis renováveis bem como analisando a viabilidade de produção com matéria alternativa a soja.<sup>1,4</sup>

Assim, o biodiesel é um biocombustível composto por ésteres alquílicos de ácidos graxos, geralmente obtidos a partir da transesterificação de óleos vegetais ou gorduras animais na presença de um álcool de cadeia curta, como metanol ou etanol.

Outro processo de produção é através da esterificação ácidos graxos livres, mediante a utilização de um catalisador do tipo bases, ácidos ou até mesmo por catalisadores heterogêneos (enzimáticos), cada um apresentando vantagens e desafios específicos. Assim, o desenvolvimento de catalisadores mais eficientes tem sido um dos principais focos das pesquisas na área, visando aumentar a conversão dos triglicerídeos em ésteres e reduzir a formação de subprodutos indesejáveis.<sup>5</sup>

Tradicionalmente, a produção de biodiesel utiliza catalisadores homogêneos alcalinos devido à sua alta eficiência e rapidez na conversão, mas esses catalisadores apresentam limitações quando a matéria-prima contém altos teores de ácidos graxos livres, podendo levar à formação de sabões e à necessidade de etapas adicionais de purificação. Para contornar esse problema, a esterificação catalisada por ácidos tem sido empregada como alternativa, especialmente para matérias-primas de baixa qualidade. Mais recentemente, a pesquisa tem se concentrado no desenvolvimento de catalisadores

heterogêneos, que oferecem vantagens como maior facilidade de recuperação e reutilização, além de minimizar a geração de resíduos.<sup>5</sup>

Além disso, a escolha da matéria-prima é um fator determinante na qualidade do biodiesel produzido, uma vez que a composição química dos óleos ou gorduras influencia diretamente as propriedades físico-químicas do produto final, como viscosidade, estabilidade à oxidação e ponto de fluidez.<sup>1,4</sup>

Os avanços tecnológicos no processo de produção do biodiesel estão se tornando cada vez mais recorrentes, conteúdo é importante que a produção esteja e a inovação estejam diretamente relacionadas com a qualidade do produto, que é rigorosamente regulamentada por normas internacionais e nacionais que estabelecem parâmetros físico-químicos essenciais para sua comercialização e uso em motores. Na Europa, a norma EN 14214 define os critérios para a produção e uso do biodiesel, enquanto nos Estados Unidos, a regulamentação é feita pela norma ASTM 6751 D. No Brasil, a Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) estabelece diretrizes para a produção e comercialização do biodiesel por meio da Resolução ANP 07/2008, garantindo a padronização do combustível e sua compatibilidade com os motores disponíveis no mercado.<sup>6</sup>

Diante desse panorama, o artigo em referência tem como objetivo realizar uma análise crítica sobre a qualidade do biodiesel discutindo fontes de contaminação, efeitos no processo de produção, estabilidade do produto e desempenho no motor. Além disso, é apresentado um panorama geral dos limites estabelecidos por agências reguladoras e as principais técnicas analíticas utilizadas no monitoramento do biodiesel.<sup>6</sup>

## Metodologia

Tanto o artigo de referência quanto QuiArtigo escrito, com as contribuições por parte da autora, foram feitas com base em pesquisas em plataformas científicas além de consultas a legislação Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), *American Society for Testing and Materials* (ASTM) e normas europeias (EM), a fim de apontar os ensaios de controle de qualidade trazendo explicações teóricas dos métodos ou técnicas.

## Resultados e discussão

A definição de especificações para combustíveis está diretamente relacionada à necessidade de garantir sua

viabilidade produtiva, desempenho eficiente nos motores e menor impacto ambiental, além de zelar pela saúde da população. Para assegurar a qualidade do produto, são estabelecidos requisitos técnicos que devem ser rigorosamente seguidos desde sua fabricação até o momento do consumo, sendo que essas regulamentações visam garantir a uniformidade do combustível, permitindo sua comercialização dentro dos padrões exigidos.

No entanto, a composição e as propriedades físico-químicas dos combustíveis podem sofrer alterações ao longo da cadeia de distribuição. Fatores como degradação natural, condições inadequadas de armazenamento e transporte, bem como práticas fraudulentas, podem comprometer a qualidade do produto entregue ao consumidor final. Assim, essas variações podem afetar não apenas o desempenho dos motores, mas também elevar as emissões de poluentes, intensificando impactos ambientais e riscos à saúde pública.

### **1. Teor de fósforo, enxofre, cálcio, magnésio, sódio e potássio**

No caso do biodiesel, o artigo em referência aponta primeiramente a contaminação por compostos inorgânicos que estão presentes em todas as etapas da produção do biodiesel, principalmente como resíduos dos catalisadores utilizados no processo. Assim, a ANP estabelece limites para elementos como fósforo, enxofre, cálcio, magnésio, sódio e potássio, pois sua presença pode comprometer a qualidade do combustível. Sódio e potássio, por exemplo, podem formar depósitos nos filtros dos veículos, enquanto cálcio e magnésio podem ser introduzidos pela matéria-prima ou pela água usada na purificação. Já o fósforo e o enxofre, extraídos junto aos óleos vegetais, podem reduzir a eficiência dos catalisadores automotivos. Além desses, outros metais traço, como ferro, cobre e níquel, podem estar presentes em menores concentrações e afetar a estabilidade do biodiesel e o desempenho do motor.<sup>7,9</sup>

Existem diversas técnicas analíticas para determinar esses elementos, mas o artigo em referência aponta como a principal a espectrometria atômica como a de absorção atômica (AAS), espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES) e espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS).<sup>6</sup>

A AAS pode ser realizada por diferentes métodos de atomização, como chama, forno de grafite ou geração de vapor. No caso do biodiesel, a atomização em chama seria mais indicada para elementos como sódio, potássio, cálcio e

magnésio, enquanto o forno de grafite aumenta a sensibilidade para metais-traço, como chumbo, cádmio e níquel. Já a geração de vapor é utilizada para elementos voláteis, como mercúrio e arsênio. Embora seja uma técnica precisa, a AAS apresenta a limitação de analisar um elemento por vez, tornando o processo mais demorado.<sup>9</sup>

Já a espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado permite a análise simultânea de múltiplos elementos. Assim, seu princípio baseia-se na excitação dos átomos e íons metálicos dentro de um plasma de argônio, resultando na emissão de radiação em comprimentos de onda específicos para cada elemento. A ICP-OES apresenta alta sensibilidade e baixo limite de detecção. No entanto, a presença de compostos orgânicos no biodiesel pode interferir no plasma, exigindo pré-tratamentos como digestão ácida ou emulsificação para garantir a exatidão dos resultados.<sup>9</sup>

Por fim, a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado é uma das técnicas mais avançadas para a determinação de metais em concentrações extremamente baixas. Assim como a ICP-OES, utiliza um plasma de argônio para ionizar os átomos da amostra, mas em vez de detectar a luz emitida, analisa a relação massa/carga dos íons com um espectrômetro de massa. Essa técnica se destaca pela extrema sensibilidade, sendo capaz de detectar metais na faixa de ng/L (partes por trilhão), além de sua alta seletividade, permitindo a diferenciação entre isótopos de um mesmo elemento. Nesse caso, apesar de sua precisão, a ICP-MS apresenta alto custo operacional e demanda cuidados especiais para minimizar interferências espectrais.<sup>9</sup>

Em resumo, o artigo em referência conclui-o que apesar da alta precisão das técnicas espectrométricas, a análise de biodiesel apresenta desafios, especialmente devido ao seu alto teor orgânico, que pode interferir nos equipamentos. Para contornar esse problema, diversos métodos de preparo de amostras são propostos, como digestão ácida, formação de emulsões e diluições em solventes alcoólicos. Assim, estudos recentes buscam aprimorar essas metodologias e garantir maior exatidão nos resultados, sendo um deles o desenvolvimento de materiais de referência certificados, como os do NIST e INMETRO, auxilia na validação das análises, embora ainda existam limitações na quantificação de alguns metais em baixas concentrações.<sup>6</sup>

### **2. Estabilidade de oxidação**

O segundo de qualidade que o artigo em referência apontou foi a questão da estabilidade a oxidação do biodiesel

que depende da quantidade e do tipo de insaturações presentes nos ésteres, características que variam conforme a matéria-prima utilizada. Assim, durante o armazenamento, fatores como exposição ao ar, calor, metais traço e peróxidos podem acelerar sua oxidação, reduzindo sua qualidade e levando à formação de depósitos insolúveis. Para mitigar esse efeito, antioxidantes são frequentemente adicionados ao biocombustível.<sup>10</sup>

O artigo em referência não aponta métodos que averiguam a oxidação do biodiesel, ou seja, o período necessário para que o processo de oxidação do combustível se inicie sob condições controladas. Contudo, um ensaio muito utilizado para averiguar isso é o Rancimat, teste padronizado pela norma EN 14112. Dessa forma, o procedimento consiste em submeter uma amostra de biodiesel a uma temperatura elevada, geralmente em torno de 110 °C, enquanto um fluxo constante de ar é borbulhado através do líquido. O oxigênio provoca a oxidação do biodiesel e os compostos voláteis formados durante a oxidação são transportados para um recipiente contendo água deionizada.<sup>11,12</sup>

Assim, a medida do tempo é feita através de uma relação da variação da condutividade elétrica da água, que aumenta com a formação de ácidos carboxílicos provenientes da degradação do biodiesel que são depositados na água deionizada. Assim valores elevados de tempo indicam maior estabilidade oxidativa, enquanto tempos reduzidos sugerem maior propensão à degradação, podendo comprometer a qualidade do combustível e seu desempenho nos motores.<sup>11,12</sup>

### 3. Teor de glicerol e mono-, di- e triacilgliceróis

O terceiro parâmetro de controle de qualidade abordado pelo artigo em referência é a presença de glicerol no biodiesel pois este é um indicativo importante da eficiência do processo de purificação do combustível. Durante a produção do biodiesel, a reação entre óleos ou gorduras com um álcool, como metanol ou etanol, gera glicerol como co-produto. Se ele não for completamente removido, o glicerol residual pode causar problemas como formação de depósitos, entupimento de bicos injetores e aumento das emissões veiculares.

Além do glicerol livre, contaminantes como mono-, di- e triacilgliceróis podem estar presentes no biodiesel devido à transesterificação incompleta. Assim, a soma das concentrações dessas substâncias permite calcular a glicerina combinada, e a soma do glicerol livre com a glicerina combinada resulta no glicerol total, sendo que esses compostos também afetam a qualidade do biodiesel e podem comprometer

o funcionamento do motor, reduzindo a eficiência da combustão.

Para a determinação dessas substâncias no biodiesel, as normas brasileiras empregam métodos de cromatografia, como em fase gasosa de alta resolução (CGAR). Outras técnicas também são mencionadas, como a cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE), cromatografia em camada delgada e cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CGAR-EM).

A cromatografia em fase gasosa de alta resolução é uma das principais utilizadas, especialmente para compostos voláteis. Nesse método, a amostra é vaporizada e transportada por uma coluna cromatográfica por um fluxo de gás, sendo separada com base nas interações dos compostos com a fase estacionária da coluna. O detector, frequentemente é um de ionização de chama, permite a quantificação dos compostos.<sup>9</sup>

Já a cromatografia líquida de alta eficiência, ou HPLC, utiliza uma fase móvel líquida e uma fase estacionária sólida para separar os compostos da amostra, sendo muito útil para a análise de substâncias menos voláteis, como o glicerol livre, oferecendo alta resolução e sensibilidade.<sup>9</sup>

O método mais simples dentre os citados é a cromatografia em camada delgada, onde os compostos são separados por migração em uma camada de material adsorvente. Embora não ofereça a mesma precisão que a CGAR ou a CLAE, a CCD é eficiente para análises qualitativas, permitindo visualizar substâncias como o glicerol.<sup>9</sup>

Por fim, a cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas combina as vantagens da cromatografia gasosa com a sensibilidade da espectrometria de massas. Assim, esse acoplamento oferece uma identificação precisa dos compostos com base na sua massa molecular, sendo ideal para detectar impurezas e contaminantes no biodiesel.<sup>9</sup>

### 4. Teor de metanol e etanol

No processo de produção de biodiesel, o álcool é utilizado em excesso para garantir a formação adequada dos produtos. Contudo, após a reação, é necessário remover o excesso de álcool, pois sua presença pode afetar negativamente o ponto de fulgor, o número de cetano e a lubricidade do biodiesel, além de causar problemas de corrosão. Assim, a determinação da concentração de álcool no biodiesel é

essencial para avaliar a eficiência do processo de purificação. De acordo com a ANP, a determinação do teor de álcool, seja metanol ou etanol, deve ser feita utilizando a cromatografia em fase gasosa de alta resolução em conjunto com métodos como NBR 15343 ou EN 14110.<sup>6</sup>

## 5. Ponto de fulgor

O artigo em referência também não fala detalhamento sobre o ponto de fulgor, contudo é importante tecer observações com relação com a ele porque ele está relacionado com o teor de metanol e etanol. Dessa forma, ponto de fulgor é uma característica importante para avaliar a segurança de líquidos inflamáveis visto que ele é definido como a temperatura mínima à qual um líquido libera vapores em quantidade suficiente para formar uma mistura inflamável com o ar. No caso do biodiesel, o ponto de fulgor é significativamente mais alto quando comparado ao diesel mineral devido as cadeias maiores e mais complexas, assim em condições ideais, o ponto de fulgor do biodiesel puro é em torno de 170 °C, o que indica que o combustível é mais seguro em termos de risco de ignição.<sup>13</sup>

No entanto, a adição de pequenas quantidades de álcool, especialmente metanol, ao biodiesel pode reduzir drasticamente o ponto de fulgor. Isso ocorre porque o metanol, além de ser altamente inflamável, é uma substância que diminui a temperatura necessária para que o biodiesel libere vapores inflamáveis, aumentando o risco de incêndio e tornando o armazenamento e o transporte do combustível mais perigosos. Assim, esse comportamento torna o ponto de fulgor um parâmetro crítico para a segurança do biodiesel, especialmente quando a transesterificação do óleo ou gordura foi realizada com metanol.<sup>13</sup>

Em relação aos limites regulatórios, diferentes normas internacionais estabelecem valores mínimos para o ponto de fulgor do biodiesel. Pode-se citar primeiramente a norma ASTM D6751, utilizando o método ASTM D93 que é a mais rigorosa, exigindo um ponto de fulgor mínimo de 130 °C. Já a EN 14214, que emprega o método EN ISO 3679, exige um valor de pelo menos 120 °C, enquanto a RANP 07/08 fixa o valor mínimo em 100 °C.<sup>13</sup>

## 6. Ponto de entupimento

O artigo em referência não fala da questão do ponto de entupimento e da viscosidade, que são aspectos importantes no controle de qualidade de biodiesel. Assim, a viscosidade (e o comportamento do biodiesel) a baixas temperaturas dependem principalmente da composição química do produto

final, especialmente dos ésteres e do comprimento das cadeias hidrocarbonadas desses compostos. Essas propriedades estão diretamente relacionadas à matéria-prima utilizada, seja de origem vegetal ou animal.

Em condições de temperaturas extremas, como no inverno, é fundamental que o biodiesel mantenha sua viscosidade estável para evitar problemas como o aumento excessivo da viscosidade ou o congelamento. Nesse contexto, a viscosidade influencia diretamente a eficiência da combustão, especialmente na atomização do combustível nos bicos injetores, afetando a potência do motor.<sup>14,15</sup>

No caso, temperaturas muito baixas podem causar a cristalização de ésteres saturados, obstruindo filtros de óleo e sistemas de injeção. Embora isso também ocorra em combustíveis derivados do petróleo, a solidificação do biodiesel é mais pronunciada dependendo de sua composição. A avaliação dessa solidificação é feita através do ensaio de ponto de entupimento de filtro a frio (CFPP), teste utilizado para determinar a temperatura mínima à qual o biodiesel (ou outros combustíveis) pode ser filtrado sem que ocorra o entupimento do filtro devido à formação de cristais.<sup>14,15</sup>

## Conclusões

Em síntese, o biodiesel surge como uma alternativa viável e promissora dentro do contexto da busca por fontes de energia renováveis e sustentáveis. Isso fica nítido analisando a história de sua implementação no Brasil, desde as primeiras iniciativas no Programa Proóleo até o seu destaque nas políticas energéticas atuais, o que reflete o esforço contínuo por alternativas que possam reduzir o impacto ambiental causado pelos combustíveis fósseis, além de fortalecer a segurança energética do país. No entanto, a produção de biodiesel envolve desafios técnicos, como a escolha de matérias-primas adequadas e o controle rigoroso das características físico-químicas do produto final, que devem atender às normas de qualidade e garantir o bom desempenho nos motores.

Os avanços nas técnicas de produção estão sendo constantemente explorados e isso é muito bom para aumentar a eficiência do processo e minimizar os subprodutos indesejáveis. Contudo, a inovação deve caminhar junto com a qualidade do produto para garantir sua eficácia e segurança. Assim é necessário monitoramento constante da presença de contaminantes, como metais pesados, glicerol e ácidos graxos livres, que podem afetar tanto o desempenho do combustível quanto o funcionamento dos motores.



## Contribuições por Autor

A resenha sobre o artigo em referência e a inclusão de algumas observações são de Linara Tarusa Damascena Correa.

## Conflito de interesse

Não há conflito de interesses.

## Agradecimentos

Agradeço ao grupo PET-Química/IQ/UnB, à Secretaria de Educação Superior do Ministério da Educação (SeSU/MEC) e ao Decanato de Ensino de Graduação (DEG/UnB) pelo apoio ao Programa de Educação Tutorial pela bolsa concedida. Ao Instituto de Química (IQ/UnB) e à Universidade de Brasília pelo suporte e espaço fornecidos.

## Notas e referências

- 1 M. J. Dabdoub, J. L. Bronzel and M. A. Rampin, Biodiesel: visão crítica do status atual e perspectivas na academia e na indústria, *Quím. Nova*, 2009, **32**, 776–792.
- 2 Nag, A. Bhattacharya, S. De, K. B, New utilization of vegetable oils. *Journal of American Oil Chemistry Society*, 1995, **72**, 1591.
- 3 J. A. P. Rico and I. L. Sauer, A review of Brazilian biodiesel experiences, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2015, **45**, 513–529.
- 4 L. P. Ramos, F. R. D. Silva, A. S. Mangrich and C. S. Cordeiro, Biodiesel Production Technologies, *Rev. Virtual Quím*, 2011, **3**, 385–405.
- 5 C. S. Cordeiro, F. R. D. Silva, F. Wypych and L. P. Ramos, Catalisadores heterogêneos para a produção de monoésteres graxos (biodiesel), *Quím. Nova*, 2011, **34**, 477–486.
- 6 D. P. C. D. Quadros, E. S. Chaves, J. S. A. Silva, L. S. G. Teixeira, A. J. Curtius and P. A. P. Pereira, Biodiesel: Contaminants and Quality Control, *Rev. Virtual Quím*, 2011, **3**, 376–384.
- 7 R. S. Amais, G. L. Donati and J. A. Nóbrega, Interference standard applied to sulfur determination in biodiesel microemulsions by ICP-QMS, *J. Braz. Chem. Soc.*, 2012, **23**, 797–803.
- 8 L. C. C. D. Oliveira, M. A. Vieira, A. S. Ribeiro, P. M. Baptista, R. A. Gonçalves and R. C. D. Campos, Determination of Na, K, Mg and Ca in biodiesel by LS F AAS and HR-CS F AAS: studies that supported the proposal of the ABNT NBR 15556 norm, *J. Braz. Chem. Soc.*, 2012, **23**, 1400–1408.
- 9 D. A. Skoog, F. J. Holler and S. R. Crouch, *Principles of instrumental analysis*, Thomson Brooks/Cole, Belmont, CA, 6th ed., 2007.
- 10 G. Knothe, Some aspects of biodiesel oxidative stability, *Fuel Processing Technology*, 2007, **88**, 669–677.
- 11 Medição da oxidação e da estabilidade térmica com o método Rancimat, [https://www.metrohm.com/pt\\_br/produtos/estabilidade-de-oxidativa/medicao-da-oxidacao-e-da-estabilidade-termica-com-o-metodo-rancimat.html](https://www.metrohm.com/pt_br/produtos/estabilidade-de-oxidativa/medicao-da-oxidacao-e-da-estabilidade-termica-com-o-metodo-rancimat.html), (accessed 20 March 2025).
- 12 P. I. News, Determining the Oxidation Stability of Biodiesel According to EN 14112, <https://www.petro-online.com/news/analytical-instrumentation/11/metrohm-ag/determining-the-oxidation-stability-of-biodiesel-according-to-en-14112/3218>, (accessed 20 March 2025).
- 13 I. P. Lôbo, S. L. C. Ferreira and R. S. D. Cruz, Biodiesel: parâmetros de qualidade e métodos analíticos, *Quím. Nova*, 2009, **32**, 1596–1608.
- 14 R. O. Dunn, Thermal analysis of alternative diesel fuels from vegetable oils, *J. Americ Oil Chem Soc*, 1999, **76**, 109–115.
- 15 BiodieselBR.com, O frio, o biodiesel e a solução do problema, <https://www.biodieselbr.com/noticias/usinas/info/o-frio-o-biodiesel-e-a-solucao-do-problema-300721>, (accessed 20 March 2025).