



DESAFIOS METROLÓGICOS PARA O CONTROLE DA QUALIDADE DO BIODIESEL NO NORDESTE

Luiz Soares Júnior, lsjota@gmail.com¹
Marcos Ronaldo Albertini, albertin@ufc.br²
Estélio Menezes Rola Jr., estelio@gpsa.ufc.br³

^{1, 2, 3} UFC, Campus Universitário do Pici Bloco 714, Fortaleza - Ce - Brasil Cep: 60455-970

Resumo: O controle de qualidade do biodiesel é realizado com base nas especificações de normas nacionais e internacionais. As pequenas diferenças entre as especificações e métodos de ensaios contribuem para a falta de uma maior transparência e confiança na qualidade do biodiesel produzido de diversas origens. Essa carência de padronização impacta na produção de material de referência certificado necessário para um sistema de rastreabilidade consistente na metrologia em química. Este trabalho analisa as principais grandezas presentes nos ensaios para biodiesel e as limitações para demonstrar formalmente a rastreabilidade metrológica, requisito da norma internacional NBR ISO/IEC 17025, por conta da limitação em número e escopo de serviços dos laboratórios de calibração acreditados pela Cgcre/Inmetro localizados na região nordeste.

Palavras-chave: Biodiesel, Especificação, Metrologia, Nordeste, Laboratório.

1. INTRODUÇÃO

Holanda (2006) define o Biodiesel como sendo a denominação genérica para combustíveis e aditivos provenientes de fontes renováveis de energia, como as plantas oleaginosas. Dentre as principais matérias-primas para a produção do biodiesel encontram-se: óleos vegetais, gordura animal e óleos e gorduras residuais.

Vale ressaltar que a produção deste combustível vem sendo uma alternativa aos derivados de petróleo, que pode significar, em longo prazo, uma independência energética para o país. O Brasil já desponta no cenário mundial como um dos maiores produtores de biodiesel, com tecnologia própria e avançada. A meta de adição de 5% de biodiesel ao diesel de petróleo foi antecipada de 2013 para 2010. Desse modo, o Brasil está entre os maiores produtores e consumidores de biodiesel do mundo, com uma produção anual, em 2009, de 1,6 bilhões de litros e uma capacidade instalada, em janeiro de 2010, para cerca de 4,7 bilhões de litros (ANP, 2010).

A Cadeia Produtiva do Biodiesel (CPB) está em fase inicial de desenvolvimento no Brasil e conta com o desenvolvimento tecnológico pioneiro na Universidade Federal do Ceará (UFC) através de pesquisas desenvolvidas pelo prof. Expedito Parente. O desenvolvimento sustentável da cadeia produtiva do biodiesel poderá contribuir para amenizar os problemas ambientais, promovendo a inclusão sócio-econômica de milhares de famílias no semi-árido nordestino através do cultivo de oleaginosas e extração do óleo vegetal e animal que serve de matéria prima para a produção do biodiesel. A implantação dessa política para o biodiesel está a cargo do programa interministerial do Governo Federal denominado de Programa Nacional de Produção e Uso do Biodiesel (PNPB) que tem os seguintes princípios orientadores:

- Promover a inclusão social: geração de emprego e renda, especialmente na agricultura familiar e atenuar disparidades regionais;
- Desenvolvimento sustentável e;
- Assegurar a qualidade nas diferentes rotas tecnológicas.

Observa-se que embora o PNPB tenha realizado extraordinários avanços, a agricultura familiar tem contribuído muito pouco para a produção de biodiesel. No Brasil utilizam-se aproximadamente 80% de óleo de soja, 15 % de gordura animal e somente 5% de outras culturas.

O grande desafio do PNPB consiste em construir e consolidar uma cadeia produtiva capaz de atender de forma sustentável e competitiva a demanda projetada no plano estratégico de energia para o período de 2005 a 2030.

A despeito da importância do biodiesel na matriz energética brasileira e os seus impactos positivos no campo sócio-econômico, verifica-se que um potencial obstáculo para o sucesso do biodiesel, em escala mundial, passa essencialmente pela questão metrológica, uma vez que existem diferenças entre especificações e métodos de ensaios de normas que estabelecem a composição e as propriedades dos biocombustíveis.

Esse fato dificulta a eliminação das barreiras técnicas para exportação, pois falta uma maior transparência e confiança no padrão de qualidade do biodiesel produzido de diversas origens. Essa falta de padronização também impacta na produção de material de referência certificado, métodos padronizados para avaliação da conformidade e na formação de uma rede de laboratórios com metodologias de ensaios harmonizadas globalmente.

Nesse contexto, esforços estão realizados pelos governos do Brasil, dos Estados Unidos (EUA) e da União Européia (EU) para minimizar essas diferenças em padrões usados internacionalmente, fabricando materiais de referência certificados para apoiar o desenvolvimento de testes para biodiesel e métodos analíticos de medição para identificação da origem do produto. (WHITE PAPER, 2007).

Outras iniciativas importantes no campo da metrologia em química como, por exemplo, o Programa Brasileiro de Metrologia em Química; a Rede de Monitoramento da Qualidade de Combustíveis da Agência Nacional do Petróleo Gás Natural e Biocombustíveis; o Programa Brasileiro para Certificação de Biocombustíveis desenvolvido pelo Inmetro e o projeto CELAB - Confiabilidade Laboratorial em Ensaios de Biocombustíveis têm contribuído para a formação de uma rede de laboratórios de ensaios reconhecida internacionalmente. No ano de 2010, foi submetido à FINEP, no âmbito do SIBRATEC - Redes de Serviços Tecnológicos, um projeto em Rede para ampliação da capacidade de oferta e do escopo de acreditação de serviços tecnológicos em biocombustíveis, onde a UFC é integrante.

Essas iniciativas estão alinhadas com a Resolução da ANP N° 31, de 21.10.2008, onde no seu Artigo 18 estabelece que a partir de 2013, todos os laboratórios e instituições que realizam ensaios de Certificação de Biodiesel sejam acreditados com base na norma NBR ISO/IEC 17025 (ABNT, 2005). Essa resolução vale inclusive para laboratórios de usinas produtoras e se coloca como um grande desafio à curto prazo para os laboratórios e para o Inmetro (Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial).

Esse desafio pode ser medido, por exemplo, quando se verifica uma distribuição geográfica bastante desigual de laboratórios de calibração e de ensaios acreditados pela Cgcre/Inmetro no país. No Ceará, por exemplo, não há laboratório acreditado na área de petróleo e derivados, gás natural, álcool, combustíveis em geral, enquanto que somente no estado de São Paulo existem atualmente onze laboratórios. Se considerarmos, por exemplo, a grandeza temperatura, presente na maioria dos ensaios de biocombustíveis, verifica-se que existem apenas dois laboratórios acreditados no nordeste, localizados no estado da Bahia.

Este trabalho analisa as principais grandezas presentes nos ensaios para biodiesel com base nas especificações de normas nacionais e internacionais e as limitações para demonstrar formalmente a rastreabilidade metrológica de laboratórios de ensaios em biocombustíveis localizados na região nordeste.

2. CONTROLE DA QUALIDADE DO BIODIESEL

Para avaliar a qualidade do biodiesel de forma a garantir a sua conformidade são realizados vários ensaios definidos pela Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) que é responsável por especificar e propor métodos de análise do biodiesel, estabelecendo padrões de comercialização, distribuição, qualidade e fiscalização, e define os métodos de análise segundo as normas da ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas), ASTM. (*American Society for Testing and Materials*), ISO (*International Organization for Standardization*) e do CEN (*Comité Européen de Normalisation*).

As especificações definem uma série precisa de requisitos a ser satisfeita por uma amostra; enquanto que os métodos de testes definem procedimentos para determinação das qualidades e características de uma amostra. Para o Biodiesel, as especificações são estabelecidas pela Resolução 7 de 19/03/2008 da ANP.

Essa resolução procurou reduzir as diferenças da especificação Brasileira com as dos mercados Americano e Europeu. Segundo Freitas (2008), as alterações na norma levaram em consideração cinco premissas:

- Análise das propriedades do combustível, e não da matéria-prima;
- A participação dos produtores de biodiesel, indústria automobilística e distribuidores de combustíveis líquidos na discussão do novo regulamento;
- O aprimoramento da especificação anterior (ANP N. 42/2004);
- A necessidade de não limitar a concorrência entre produtores de biodiesel e de alinhamento a parâmetros internacionais.

Para alguns parâmetros, a ANP incluiu um valor mínimo, onde antes havia apenas a determinação de que os produtores anotassem os resultados atingidos.

Na prática, a controle de qualidade do biodiesel produzido no país ou importado é realizado pelos laboratórios cadastrados na ANP (laboratórios de terceiras parte) que formam o Programa de Monitoramento da Qualidade do Combustível (PMQC) instituído no ano de 2005, onde participam 22 instituições e centros de pesquisa. (ANP, 2010)

Na tabela (1) consta uma comparação entre as especificações atuais para características do Biodiesel no Brasil, Europa e Estados Unidos com as normas de ensaios pertinentes e as resoluções de cada país ou região.

Tabela 1 – Comparação entre as especificações de Biodiesel Para o Brasil, Europa e Estados Unidos

CARACTERÍSTICA	Tipo	Regulamento Técnico ANP n° 1 da Resolução ANP n° 7/2008			UND	LIMITE	EN 14214	LIMITE	ASTM D6751
		MÉTODO							
		ABNT NBR	ASTM D	EN/ISO					
Aspecto	P	-	-	-	-	LII (1)	NE	NE	
Massa específica a 20° C	N	7148	1298	EN ISO 3675	kg/m³	850-900	NE	NE	
		14065	4052	-					
		-	-	EN ISO 12185					
Viscosidade Cinemática a 40°C	N	10441	445	EN ISO 3104	Mm²/s	3,0-6,0	3,5 - 5,0	1,9 - 6,0	
Teor de Água, máx. (2)	P	-	6304	EN ISO 12937	mg/kg	500	500	500	
Contaminação Total, máx.	P	-	-	EN ISO 12662	mg/kg	24	24	NE	
Ponto de fulgor, mín. (3)	P	14598	93	EN ISO 3679	°C	100	120	130	
Teor de éster, mín	P	15764	-	EN 14103	% massa	96,5	96,5	NE	
Resíduo de carbono (4)	P	15586	4530	-	% massa	0,05	NE	0,05	
Cinzas sulfatadas, máx.	P	6294	874	EN ISO 3987	% massa	0,02	0,02	0,02	
Enxofre total, máx.	P	-	5453	-	mg/kg	50	10	15	
		-	-	EN ISO 20846					
		-	-	EN ISO 20884					
Sódio + Potássio, máx.	P	15554	-	EN 14108	mg/kg	5	5	NE	
		15555	-	EN 14109					
		15553	-	EN 14538					
		15556	-	-					
Cálcio + Magnésio, máx.	P	15553	-	EN 14538	mg/kg	5	5	NE	
		15556	-						
Fósforo, máx.	P	15553	4951	EN 14107	mg/kg	10	10	10	
Corrosividade ao cobre, 3h a 50 °C, máx.	P	14359	130	EN ISO 2160	-	1	1	3	
Número de Cetano (5)	N	-	613	EN ISO 5165	-	Anotar	51	47	
			6890 (6)						
Ponto de entupimento de filtro a frio, máx.	N	14747	6371	EN 116	°C	19 (7)	NE	NE	
Índice de acidez, máx.	P	14448	664	-	mg KOH/g	0,5	0,5	0,8	
		-	-	EN 14104 (8)					
Glicerol livre, máx.	P	15341 15771	6584 (8)	-	% massa	0,02	0,02	0,02	
		-	-	EN 14105 (8)					
		-	-	EN 14106 (8)					
Glicerol total, máx.	P	15344	6584 (8)	-	% massa	0,25	0,25	0,24	
		-	-	EN 14105					
Monoglicérides (5)	P	15342	6584 (8)	-	% massa	Anotar	0,8	NE	
Diglicérides (5)		15344		-					0,2
Triglicérides (5)		-		EN 14105 (8)					
Metanol ou Etanol, máx.	P	15343	-	EN 14110	% massa	0,2	0,2	NE	
Índice de Iodo (5)	N	-	-	EN 14111	g/100g	Anotar	120	NE	
Estabilidade à oxidação a 110°C, mín.(2)	N	-	-	EN 14112 (8)	h	6	6	NE	

Legenda:

NE – Propriedade Inexistente.

N - Propriedades cujo valor é influenciado predominantemente pela NATUREZA da matéria prima.

P - Propriedade cujo valor é influenciado predominantemente pela qualidade do PROCESSO

Verifica-se na Tabela (1) que 06 das 24 especificações foram consideradas “similares”. O relatório emitido pelo Brasil, Estados Unidos e União Européia (WHITE PAPER, 2007), classificou em três categorias para efeito de comparação entre os valores especificados para o biodiesel. Na Tabela (2) consta um resumo dessa classificação.

Tabela 2 – Classificação das especificações de Biodiesel entre o Brasil, Europa e Estados Unidos

<i>Categoria A (Similares)</i>	<i>Categoria B (Diferenças significativas)</i>	<i>Categoria C (Diferenças fundamentais)</i>
Cinzas sulfatadas (máx.) Glicerol livre (máx.) Corrosividade ao cobre (máx.) Metanol ou Etanol (máx.) Índice de acidez (máx.) Sódio + potássio e Cálcio + magnésio	Glicerol total (máx.) Fósforo (máx.) Resíduo de carbono Teor de éster (mín.) Ponto de fulgor Contaminação total (máx.) Teor de água (máx.)	Enxofre total (máx.) Número de Cetano Estabilidade à oxidação Mono, di e triglicerídeos Massa específica Viscosidade cinemática Índice de iodo

3. DESAFIOS METROLÓGICOS

Conforme citado anteriormente, a ANP exigirá, a partir de 2013, que todos os laboratórios e instituições que realizam ensaios de Certificação de Biodiesel sejam acreditados com base na norma internacional NBR ISO IEC 17025. A acreditação de um laboratório de calibração ou de ensaio é concedida pela Coordenação Geral de Acreditação do Inmetro (Cgcre) na qual reconhece formalmente que o laboratório acreditado é tecnicamente competente para efetuar a avaliação da conformidade de um determinado produto ou serviço dentro de um escopo definido. Na tabela (3) constam os requisitos da norma.

Tabela 3 – Requisitos da norma internacional ISO/IEC 17025:2005

REQUISITOS GERENCIAIS	REQUISITOS TÉCNICOS
4.1 Organização	5.2 Pessoal
4.2 Sistema da Qualidade	5.3 Acomodações e Condições Ambientais
4.3 Controle de documentos	5.4 Métodos de Ensaio e Calibração e
4.4 Análise Crítica dos Pedidos, Propostas e Contratos	Validação de Método
4.5 Subcontratação de Ensaios e Calibrações	5.5 Equipamentos
4.6 Aquisição de Serviços e Suprimentos	5.6 Rastreabilidade da Medição
4.7 Atendimento ao Cliente	5.7 Amostragem
4.8 Reclamações	5.8 Manuseio de Itens de Ensaio e Calibração
4.9 Controle dos trabalhos de Ensaio e/ou Calibração não conforme	5.9 Garantia da Qualidade dos Resultados de Ensaio e Calibração
4.10 Melhoria	5.10 Apresentação de Resultados
4.11 Ação Corretiva	
4.12 Ação Preventiva	
4.13 Controle dos Registros	
4.14 Auditorias Internas	
4.15 Análise Crítica pela Gerência	

A implementação de um sistema da qualidade exige pelo menos três requisitos fundamentais. São eles: pessoal qualificado, documentação da sistemática de trabalho e garantia da rastreabilidade metrológica dos padrões utilizados. A rastreabilidade metrológica é discutida na seqüência com maior detalhamento.

3.1. Rastreabilidade metrológica

Segundo o Vocabulário Internacional de Metrologia (INMETRO, 2007), rastreabilidade metrológica é a propriedade do resultado de uma medição ou do valor de um padrão estar relacionado a referências estabelecidas, geralmente a padrões nacionais ou internacionais, através de uma cadeia contínua de comparações, todas tendo incertezas estabelecidas. Na prática, a rastreabilidade é alcançada com a calibração dos padrões, equipamentos e instrumentos auxiliares que podem influenciar nos resultados da medição ou ensaio.

Outro meio de alcançar a rastreabilidade é utilizando Materiais de Referência Certificados (MRC) que no caso de biocombustíveis, o Inmetro desenvolveu Material de Referência Certificado para álcool etílico hidratado e álcool etílico anidro através de uma cooperação técnica com o NIST (*National Institute of Standards and Technology*) dos Estados Unidos. O padrão para o biodiesel ainda não foi divulgado.

Cabe ressaltar que a norma NBR ISO IEC 17025 no item 5.6.1 exige que: *“Todo equipamento utilizado em ensaios e/ou em calibrações, incluindo os equipamentos para medições auxiliares (por exemplo: condições ambientais), que tenha efeito significativo sobre a exatidão ou validade do resultado do ensaio, calibração ou amostragem, deve ser calibrado antes de entrar em serviço. O laboratório deve estabelecer um programa e procedimento para a calibração dos seus equipamentos.”*

Dessa forma o laboratório de ensaios deve estabelecer um plano de calibração identificando, por exemplo, que grandezas estão envolvidas em cada ensaio para o biodiesel. Por questões de espaço neste trabalho serão apresentados alguns tipos de ensaios para o biodiesel B100, as grandezas envolvidas e o(s) equipamento(s) utilizado(s). A tabela (4) foi construída com base nas informações do Laboratório de Qualidade de Combustíveis da UFC, cadastrado na ANP e em fase final de implantação do seu sistema da qualidade com base na ISO/IEC 17025.

Tabela 4 – Modelo de matriz de rastreabilidade para ensaio do Biodiesel

Descrição do Ensaio	Rastreabilidade	
	Calibração	Grandeza
Massa Específica e Densidade Relativa - Método pelo densímetro digital	Densímetro Digital	Densidade
Índice de Acidez pelo Método da Titulação Potenciométrica	Balança	Massa
	Balão	Volume
	Bureta	Volume
Resíduo de Carbono - Método Micro	Balança	Massa
	Sensor de Temperatura	Temperatura
	Medidor de Vazão	Vazão
	Manômetro	Pressão
Viscosidade Cinemática	Termômetro	Temperatura
	Viscosímetro	Viscosidade
Contaminação Total	Balança	Massa
	Manômetro	Pressão
Cinzas Sulfatadas	Balança	Massa
	Termômetro Digital	Temperatura
Ponto de fulgor TAG	Sensor de temperatura	Temperatura
	Barômetro	Pressão
Ponto de Entupimento de Filtro a Frio	Medidor de Temperatura	Temperatura
	Medidor de Vácuo	Pressão
	Pipeta	Volume
	Medidor de Tempo	Tempo

3.2. Infraestrutura laboratorial para rastreabilidade

A matriz de laboratórios pertencentes a RBC – Rede Brasileira de Laboratório de Calibração e a RBLE – Rede de Laboratórios de Ensaio na região nordeste é bastante limitada em número de laboratórios e em escopo de serviços se comparada a região sudeste. Para empresas produtoras e laboratórios de controle de qualidade de biocombustíveis isso implica em elevados custos para envio dos padrões para outros centros do país, demasiado tempo de indisponibilidade do equipamento e risco de transporte. Usualmente, alguns equipamentos podem levar até três meses para serem calibrados.

Para algumas grandezas como, por exemplo, viscosidade, apenas dois laboratórios da região sudeste fazem calibração com selo de acreditação do Inmetro. Na Figura (1) consta o número de laboratórios de calibração (por região) para algumas grandezas importantes citadas na Tabela (4). Esses dados podem ser pesquisados no sítio do Inmetro- www.inmetro.gov.br.

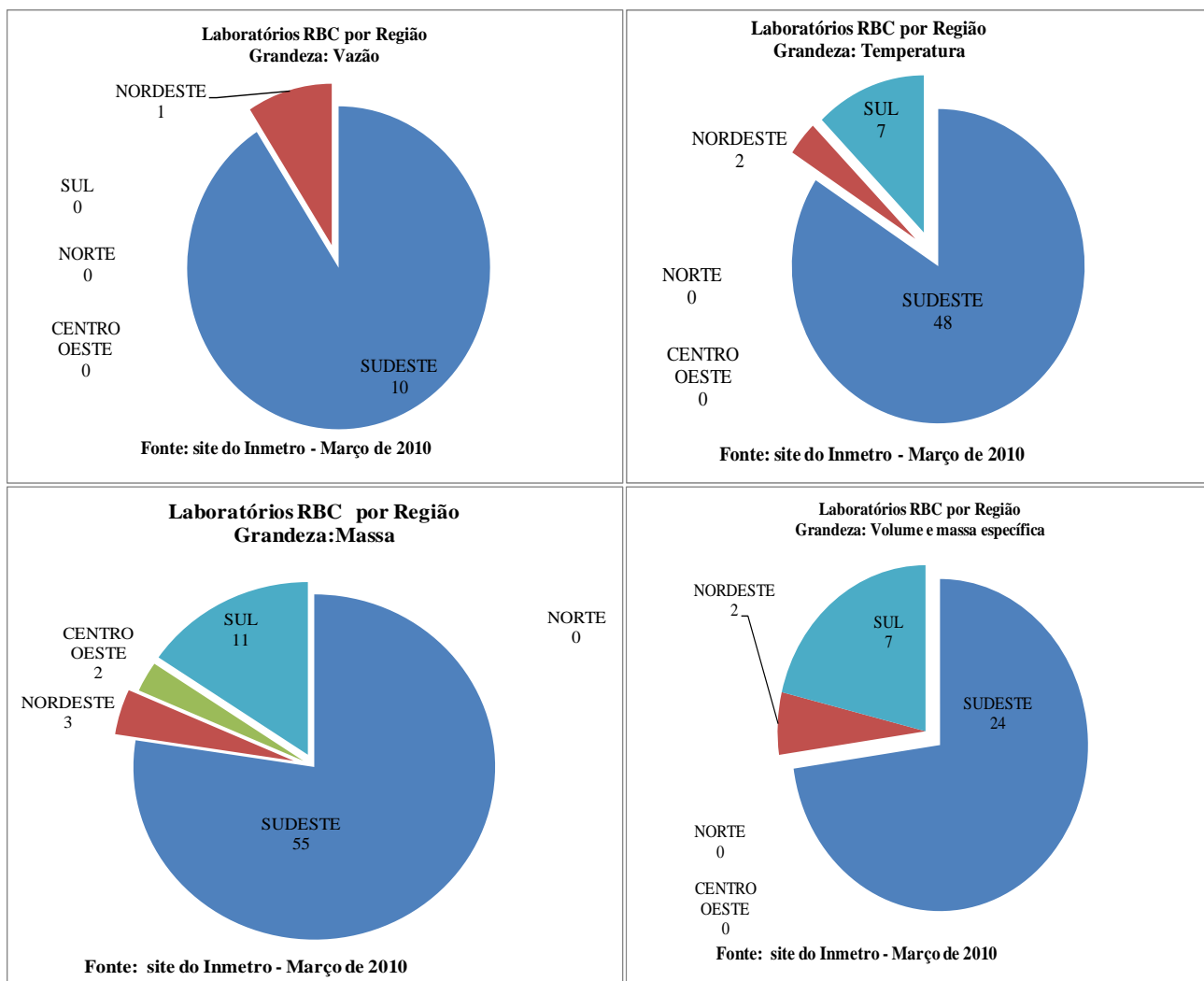


Figura 1 – Número de laboratórios de calibração pertencentes a RBC/Inmetro por região e grandeza.

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O Brasil detém capacidade laboratorial e competência tecnológica para desenvolver a utilização de novos combustíveis alternativos como é o caso do biodiesel. O Programa Nacional de Produção e Uso do Biodiesel (PNPB) e as diversas iniciativas de instituições de pesquisa, laboratórios públicos e privados, órgãos regulamentadores e o esforço do Inmetro na ampliação das redes de laboratórios de calibração e de ensaios e no desenvolvimento de padrões para os biocombustíveis são fatores importantes para o sucesso do biodiesel brasileiro no cenário global.

Apesar do esforço de harmonização das especificações e métodos de ensaios de normas entre o Brasil, Estados Unidos e União Européia, verifica-se na Tab.(1) e Tab.(2) que ainda persistem pequenas diferenças e alguns conflitos.

Esse fato dificulta a eliminação das barreiras técnicas para exportação, pois falta uma completa transparência e confiança na qualidade do biodiesel produzido de diversas origens.

Essa confiança é demonstrada, para clientes internos e externos, com uma infra-estrutura laboratorial sustentada em normas internacionais como é o caso da norma ISO/IEC 17025. Laboratórios de calibração e de ensaios acreditados com base nessa norma têm seus resultados aceitos em todos os países em que o Brasil possui acordos de reconhecimento mútuo.

Analisando-se a matriz de laboratórios de calibração na região nordeste para algumas grandezas importantes nos ensaios de biodiesel, verifica-se uma limitação em quantidade e em muitos casos de escopo de serviços. Essa realidade é semelhante se analisarmos a matriz de laboratórios de ensaios. Esse panorama deveria ser revertido, favorecendo não apenas a cadeia produtiva do biodiesel, mas outros setores produtivos que carecem de serviços de avaliação da conformidade confiáveis.

Na Resolução da ANP Nº 31, de 21.10.2008, que estabelece que a partir de 2013, todos os laboratórios e instituições que realizam ensaios de Certificação de Biodiesel sejam acreditados, de acordo com a norma NBR ISO IEC 17025 impõe um grande desafio a curto prazo para laboratórios públicos e privados, em especial os da região nordeste do Brasil.

5. REFERÊNCIAS

ABNT, 2005, “NBR ISO/IEC 17025, “Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração”, ABNT- Associação Brasileira de Normas Técnicas, Rio de Janeiro, 2005.

ANP, 2010, “Boletim Mensal da Qualidade dos Combustíveis Líquidos Automotivos Brasileiros”, Programa Nacional do Monitoramento da Qualidade dos Combustíveis - Ano 9 - Janeiro 2010.

Holanda, A , 2006 , “Biodiesel e Inclusão Social. Brasília”.

Freitas, R. C. , 2008 - In: BiodieselBr. Curitiba: Maxigráfica, 2008. p.52–54. Ano 2. n. 7 out/nov 2008.

INMETRO, 2007, “Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia”, Rio de Janeiro, 52 pp., Março 1995.

WHITE PAPER, 2007 - “White paper on internationally compatible biofuel standards - Tripartite task force Brazil, European Union & United States of America. <<http://www.inmetro.gov.br/painelsetorial/biocombustiveis/whitepaper>>



VI CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA
VI NATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING
18 a 21 de agosto de 2010 – Campina Grande – Paraíba - Brasil
August 18 – 21, 2010 – Campina Grande – Paraíba – Brazil

CHALLENGES METROLOGICAL FOR QUALITY CONTROL OF BIODIESEL IN THE NORTHEAST

Luiz Soares Júnior, lsjota@gmail.com1
Marcos Ronaldo Albertini, albertin@ufc.br2
Estélio Menezes Rola Jr., estelio@gpsa.ufc.br3

^{1, 2, 3} UFC, Campus Universitário do Pici Bloco 714, Fortaleza - Ce - Brasil Cep: 60455-970

Abstract: *The quality control of biodiesel is made based on the specifications of national and international standards. The small differences between the specifications and test methods contribute to a lack of transparency and confidence in the quality of biodiesel produced from various sources. This lack of standardization impacts on production of certified reference material necessary for a consistent system of traceability in metrology in chemistry. This paper analyzes the main quantities present in the tests for biodiesel and limitations to demonstrate formally the metrological traceability requirement of international standard NBR ISO / IEC 17025, due to the limitation in number and scope of services of calibration laboratories accredited by Cgcre /Inmetro located in the northeast.*

Keywords: *Biodiesel, Specification, Metrology, Northeast, Laboratory*