

A faint, light-colored line drawing of a laboratory or industrial facility, showing various pieces of equipment, pipes, and structural elements, serving as a background for the title text.

# **ATUAÇÃO DO *INMETRO* NA ÁREA DE BIOCOMBUSTÍVEIS, GASES E ÓLEO**

**Dra. Vanderléa de Souza**  
**Chefe da Divisão de Metrologia Química**  
**DIMCI-Inmetro**

# IMPORTÂNCIA DA METROLOGIA QUÍMICA

- **Necessária para confiabilidade das medições**
- **Barreiras Técnicas ao Comércio**
- **Garantia de justas relações de troca**
- **Saúde, segurança (forense e alimentar) e meio ambiente**
- **Qualidade, inovação e competitividade**



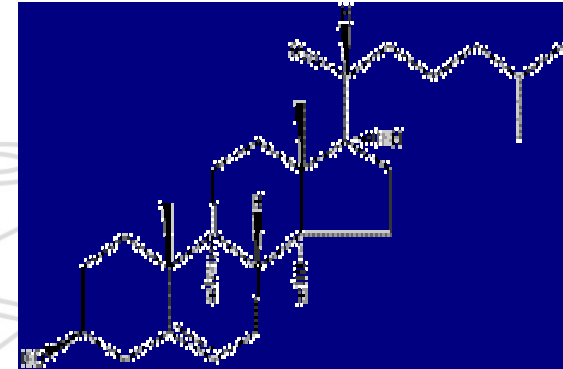
- Saúde (diagnóstico clínico)
- Fármacos (qualidade dos insumos)
- Alimentos (pesticidas, toxinas, micotoxinas)



*Frutas*



*Cachaça*



*Cholesterol*

- Meio Ambiente (qualidade da água, do ar, contaminantes)



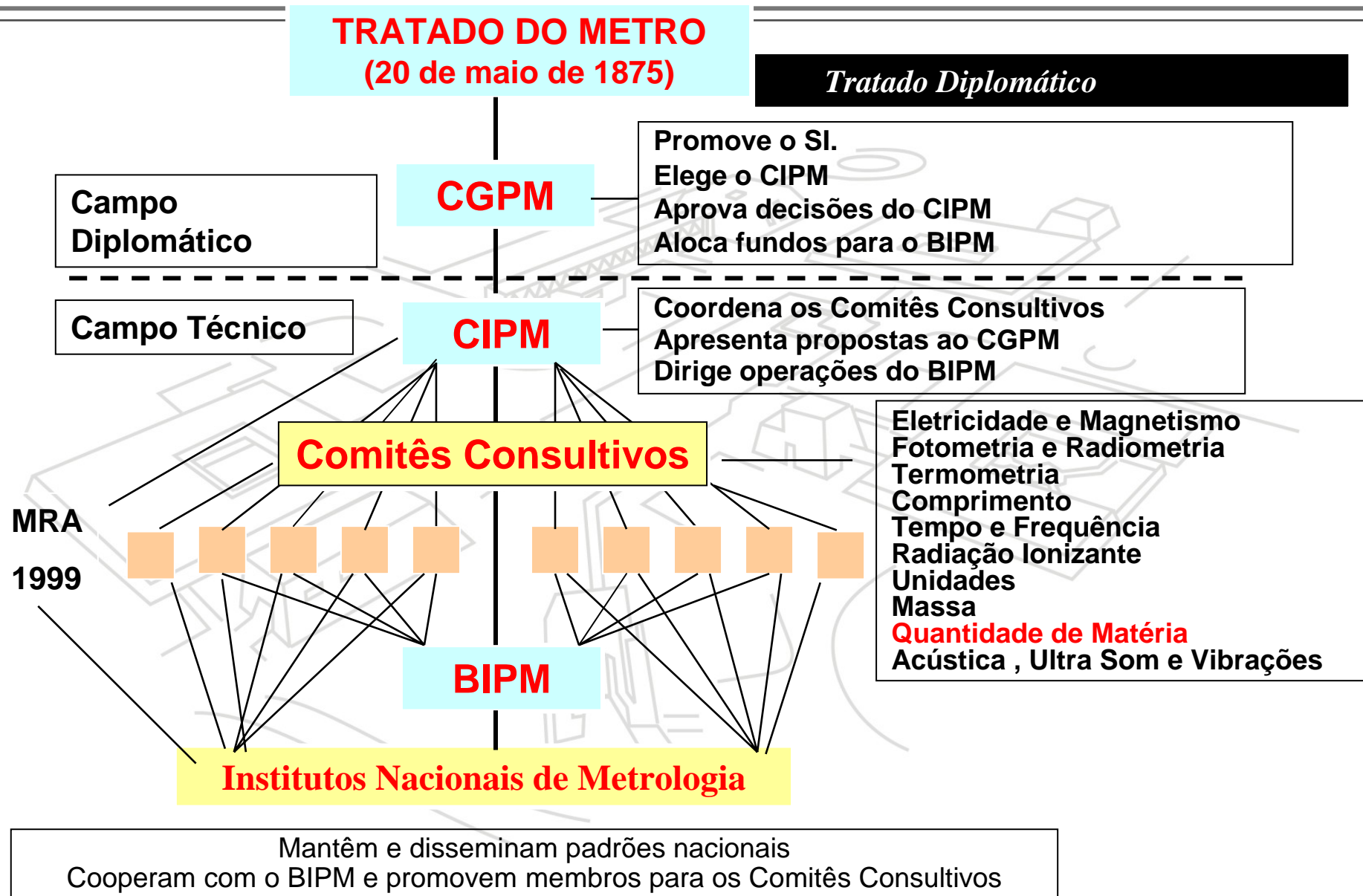
*Qualidade da água*

- Aplicações analíticas (pureza, pH, padrões isotópicos)
- Commodities (óleo, cimento, teor alcoólico)
- Análise Forense (drogas, DNA, explosivos, etilômetros)



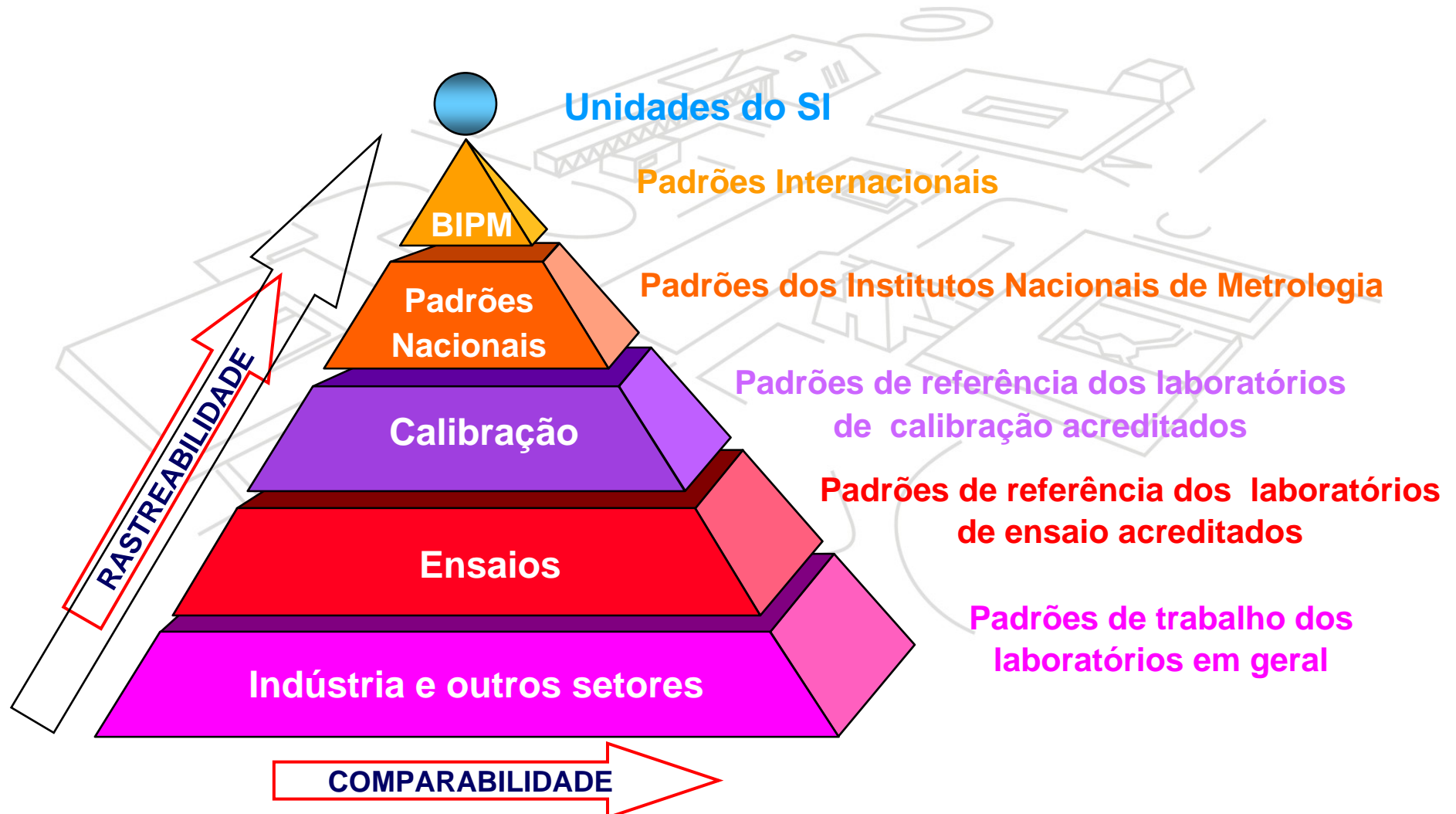
*Etilômetros*

- Materiais avançados (semicondutores, ligas, plásticos)
- Biocombustíveis (álcool e biodiesel)





## Hierarquia do Sistema Metrológico



# Inmetro - Instituto Nacional de Metrologia

## Missão

- Locus de conhecimento e credibilidade, com excelência em Ciência e Tecnologia, não mais um “depósito de padrões”
- Referência Nacional
- Suporte à competitividade, defesa dos interesses nacionais (instrumento de política industrial)
- Articulação Internacional e Representação do País
- Geração e difusão de conhecimento em metrologia, antecipação às necessidades

## Criação da Divisão de Metrologia Química - DQUIM

- ✓ **Decreto Presidencial nº 3370 de 23 de Fevereiro de 2000 e Regimento Interno do Inmetro, anexo à Portaria 123 de 23 de maio de 2000 do MDIC.**



## Equipe da Divisão de Metrologia Química

- **21 Pesquisadores (8 PhD's)**
- **6 Técnicos**
- **90 vagas para MQ no período 2007-2009**

# Campus do Inmetro em Xerém



Mecânica

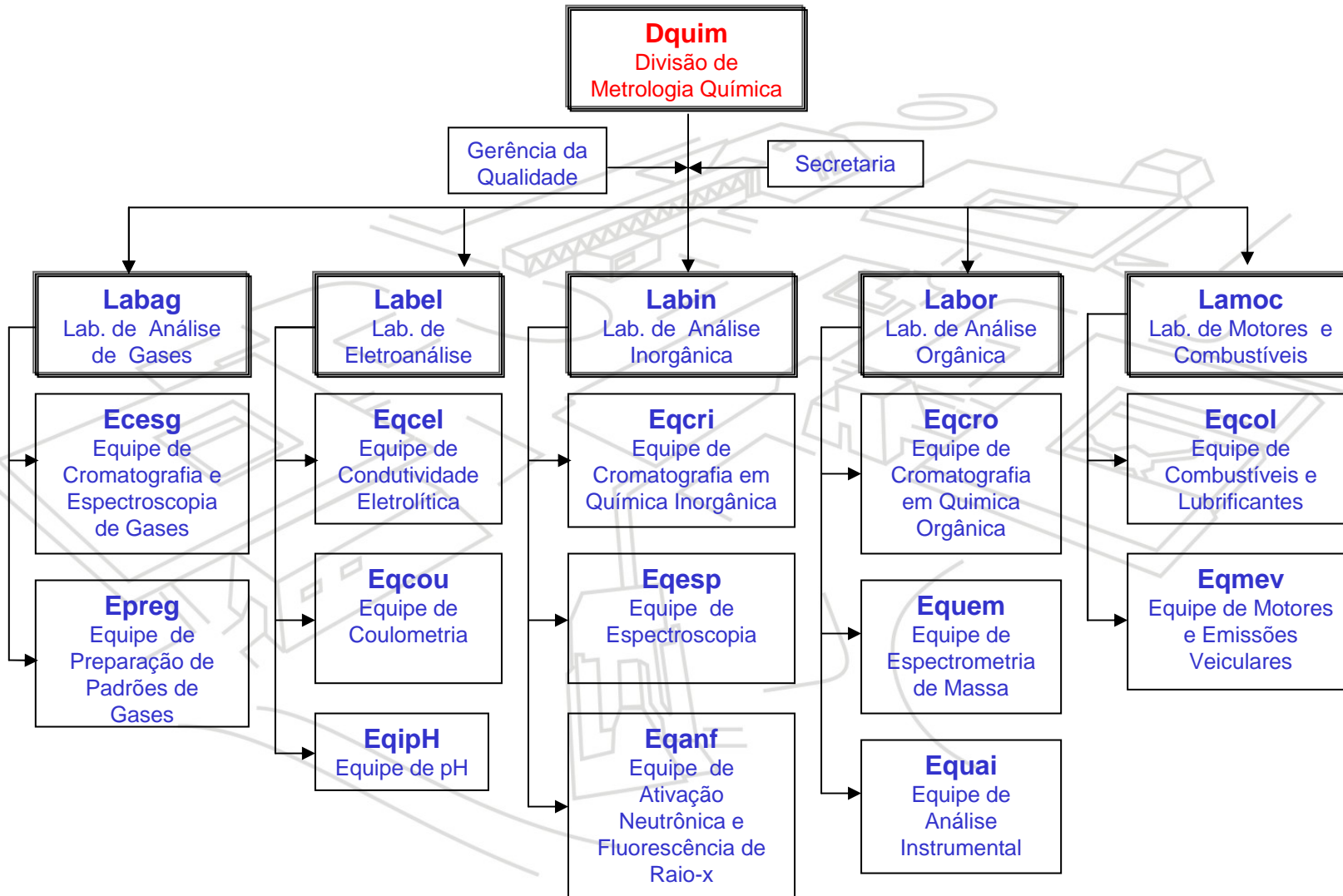
Centro Operacional

Acústica e Vibração

Elétrica

Térmica

Química Óptica



## Competência Técnica da Dquim

- **Implantação de métodos primários em áreas de interesse**
- **Produção e certificação de materiais de referência**
- **Coordenação de ensaios de proficiência**
- **Garantia da rastreabilidade metrológica**



## ***Laboratório de Motores (1)***



**Bancada**  
**Dinamométrica:**  
ensaio de motores  
movidos a  
diesel/biodiesel para  
avaliação de  
parâmetros tais como:  
emissões, potência,  
desgaste e consumo

## Laboratório de Motores (2)



**Motor CFR (octanagem)**



**Cetano**



# Controle da Qualidade dos Combustíveis



- ICP-OES
- GC (FID-TCD)

## Laboratório de Eletroquímica (1)



**Sistema primário de medição de pH  
(célula Harned)**

## Laboratório de Eletroquímica (2)



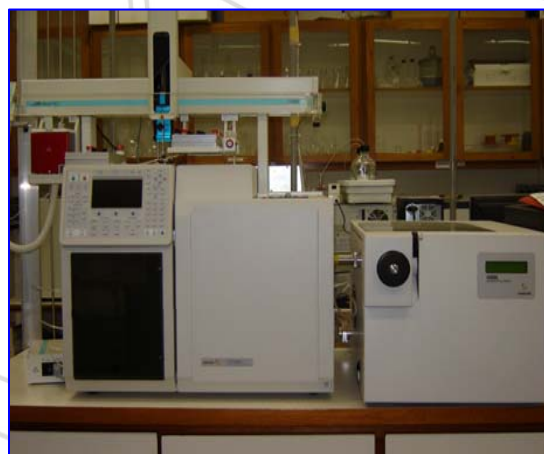
**Sistema Primário de Coulometria**



## Laboratório de Análise Orgânica



- GC-MS (íon trap)
- GC (FID/TCD)
- GC-MS



- HPLC (IR/DAD)
- GC-MS-MS
- HPLC-MS-MS

# Laboratório de Análise Inorgânica



• AAS (forno de grafite e chama)



# Laboratório de Análise de Gases



• GC (FID/TCD)



Comparadoras de Massa  
Preparação Gravimétrica

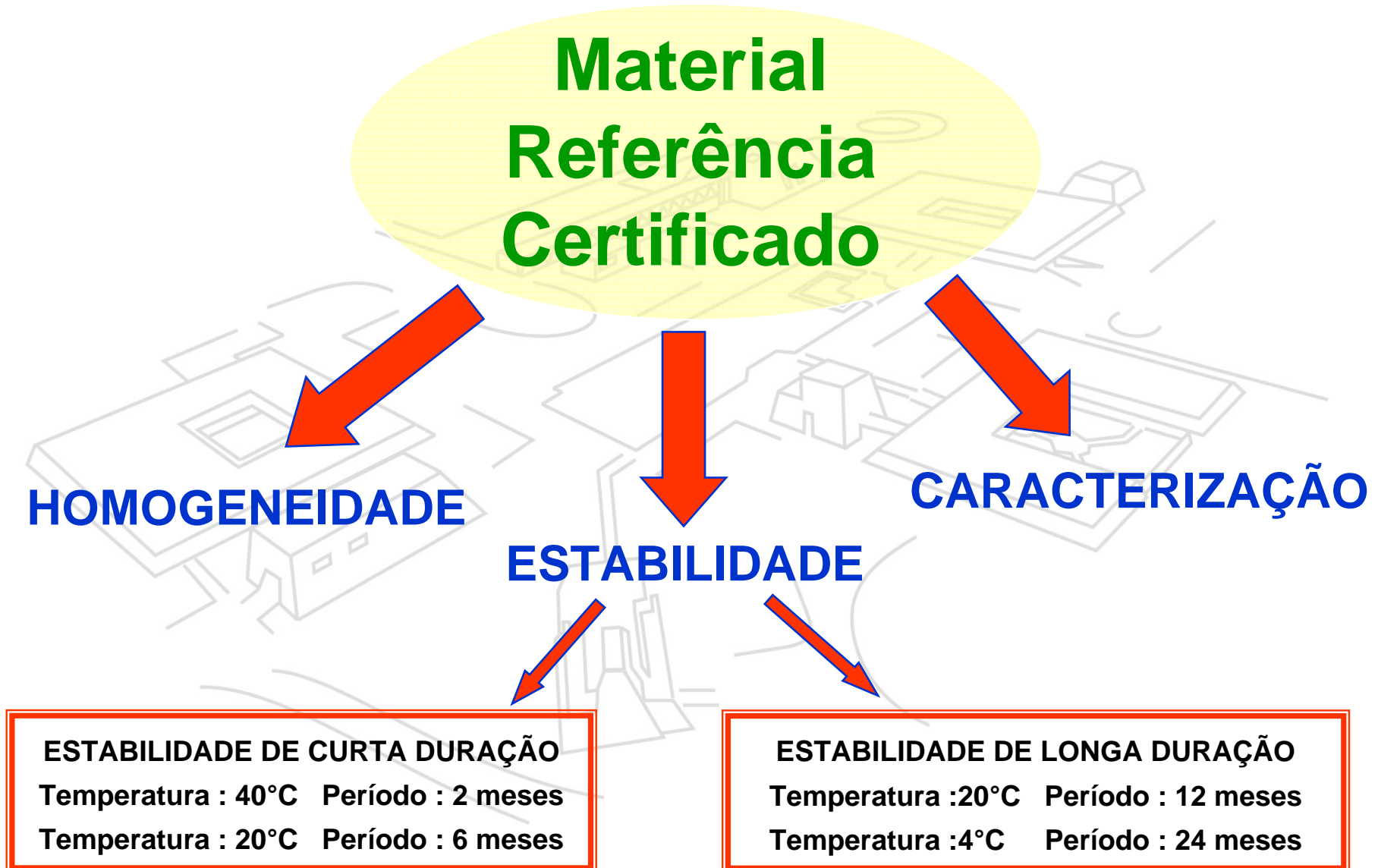


• Analisadores de Gases  
por IV não-dispersivo



## ***Desenvolvimento e produção de Materiais de Referência Certificados (MRC)***

- ***Garantia da rastreabilidade às medições químicas***
- ***Garantia da confiabilidade metrológica***
- ***Redução do custo - eliminação da importação***
- ***Redução do prazo de recebimento dos MRC***
- ***Melhor utilização do prazo de validade***



## Formas usadas para certificar Materiais de Referência ( MR )

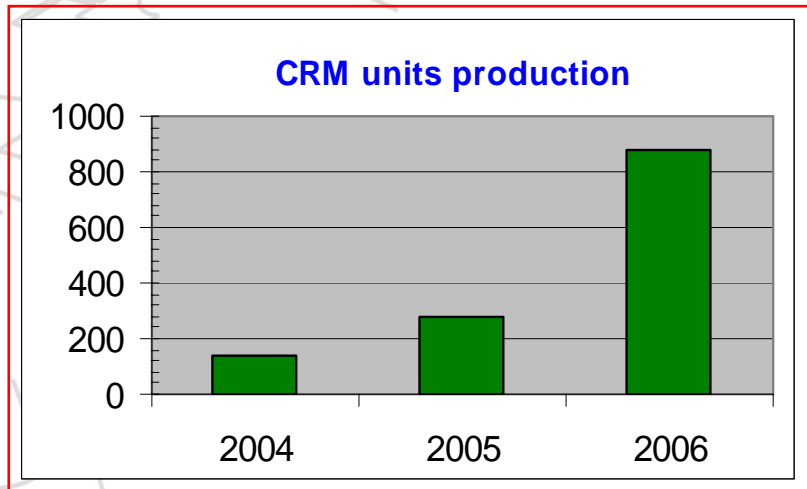
1. **Certificação usando Método Primário confirmado por outro método; MRC**
2. **Certificação usando dois Métodos independentes; MRC, VR**
3. **Certificação/valor assinalado usando um método do INM e diferentes métodos através de estudos colaborativos; MRC, VR**
4. **Valor assinalado baseado em medições de dois ou mais laboratórios usando diferentes métodos em colaboração com o INM; VR, VI**
5. **Valor assinalado baseado nas medições do INM usando um método único ou medições de laboratórios colaborativos usando método único; VR, VI**
6. **Valor assinalado baseado em dados selecionados de um PI; VR, VI**

# 1º Material de Referência Certificado da Dquim:



Usado na calibração de etilômetros

Iniciada em 2004



Concentrações

- 0.0509
- 0.0890
- 0.1145
- 0.3820
- 0.4960

% p/p

---

---

---

---

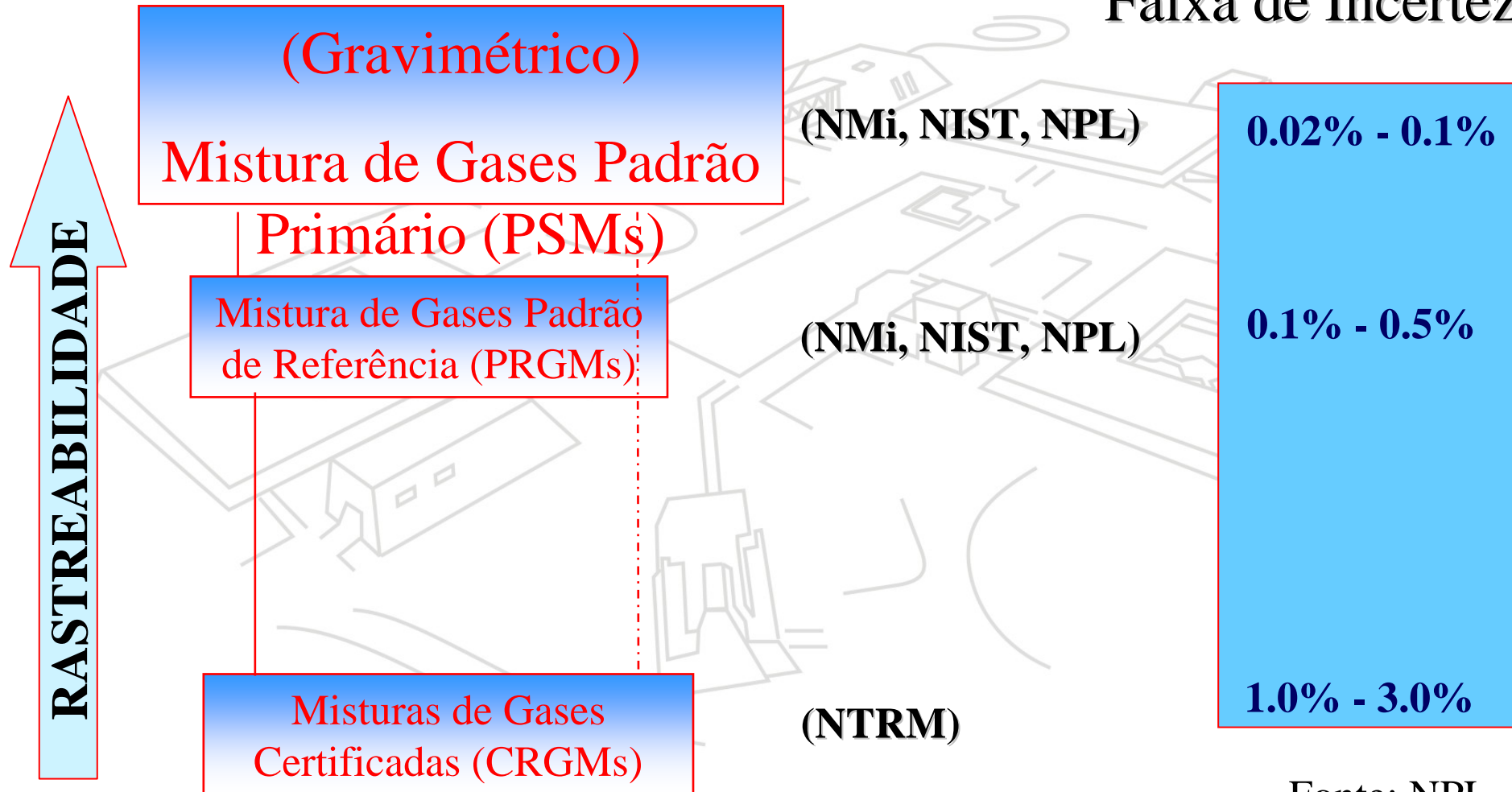
# *Áreas Estratégicas*

## *Gás Natural*

A faint, light-colored line drawing of an industrial complex, including various buildings, pipes, and structural elements, serving as a background for the text.

# Padrões de Gases

Faixa de Incerteza



Fonte: NPL



Hidrocarbonetos



N<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, He

Pequenos erros na determinação da composição  perda de capital

Species	% mol/mol
Methane	82.81
Nitrogen	5.243
CO <sub>2</sub>	5.052
Ethane	4.025
Propane	1.665
<i>i</i> -Butane	0.4779
<i>n</i> -Butane	0.5001
<i>neo</i> -Pentane	0.0423
<i>i</i> -Pentane	0.0658
<i>n</i> -Pentane	0.0652
Hexane	0.0537

**Poder calorífico (STP) = 37.094 MJ m<sup>-3</sup>**

**Se a concentração medida de hexano for 200 ppm maior:**

**Poder calorífico (STP) = 37.113 MJ m<sup>-3</sup>**

---

---

---

---

# *Áreas Estratégicas*

A faint, light-colored architectural drawing of a building complex, showing various rooms, corridors, and structural elements, serving as a background for the text.

# ***BIOCOMBUSTÍVEIS***

# Álcool Combustível

***PORTARIA ANP Nº 2, DE 16 de Janeiro de 2002***

***Estabelece especificações para o Álcool Etílico Anidro Combustível  
(AEAC) e Álcool Etílico Hidratado Combustível (AEHC)***

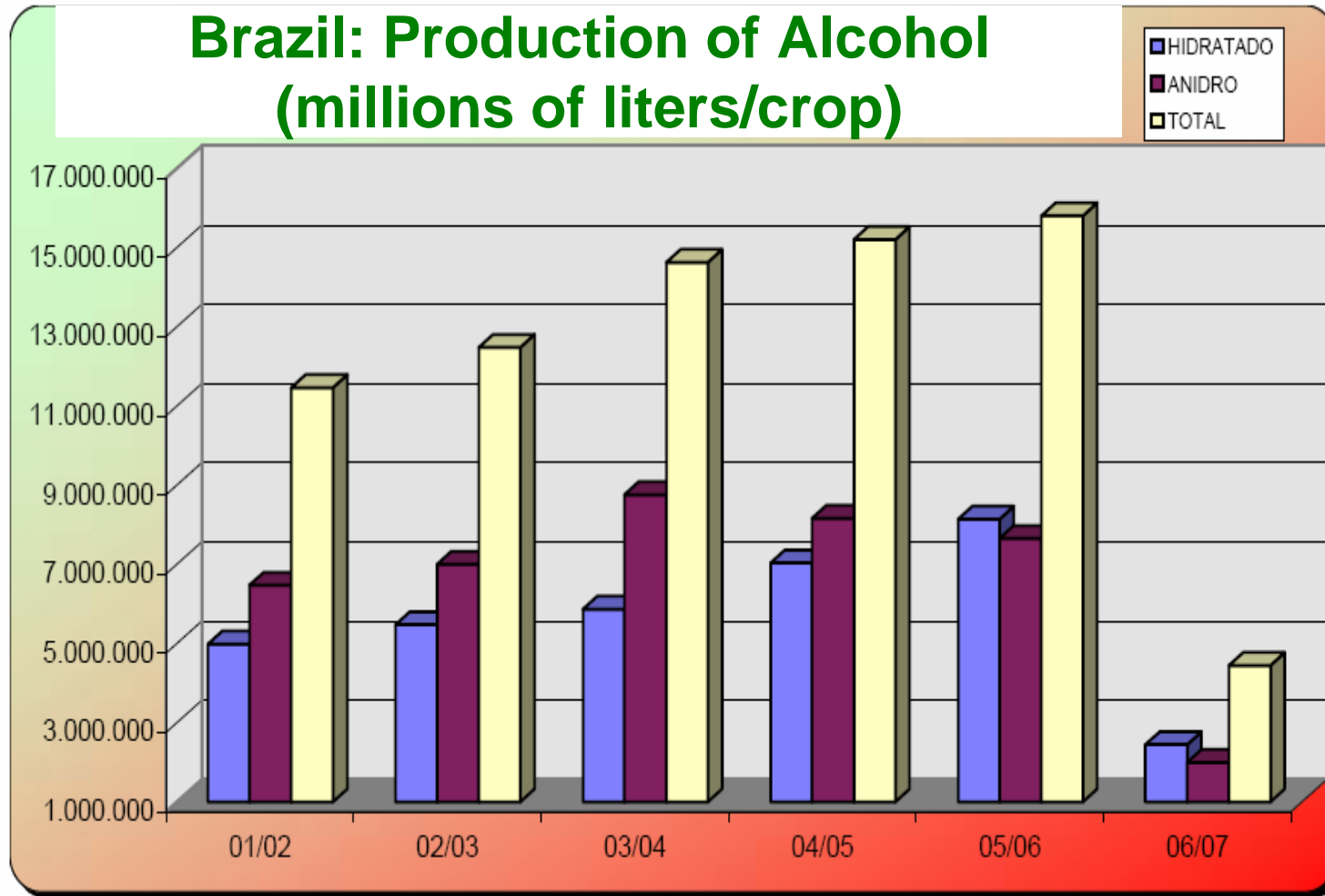
## *Teor de Álcool na Gasolina*

### *No mundo:*

- *começou a ser utilizado para reduzir monóxido de carbono (CO) e hidrocarbonetos*
- *utilizado até 10% em motores calibrados para gasolina pura*
- *tecnologia eletrônica pode dispensar utilização de oxigenados*

### *No Brasil:*

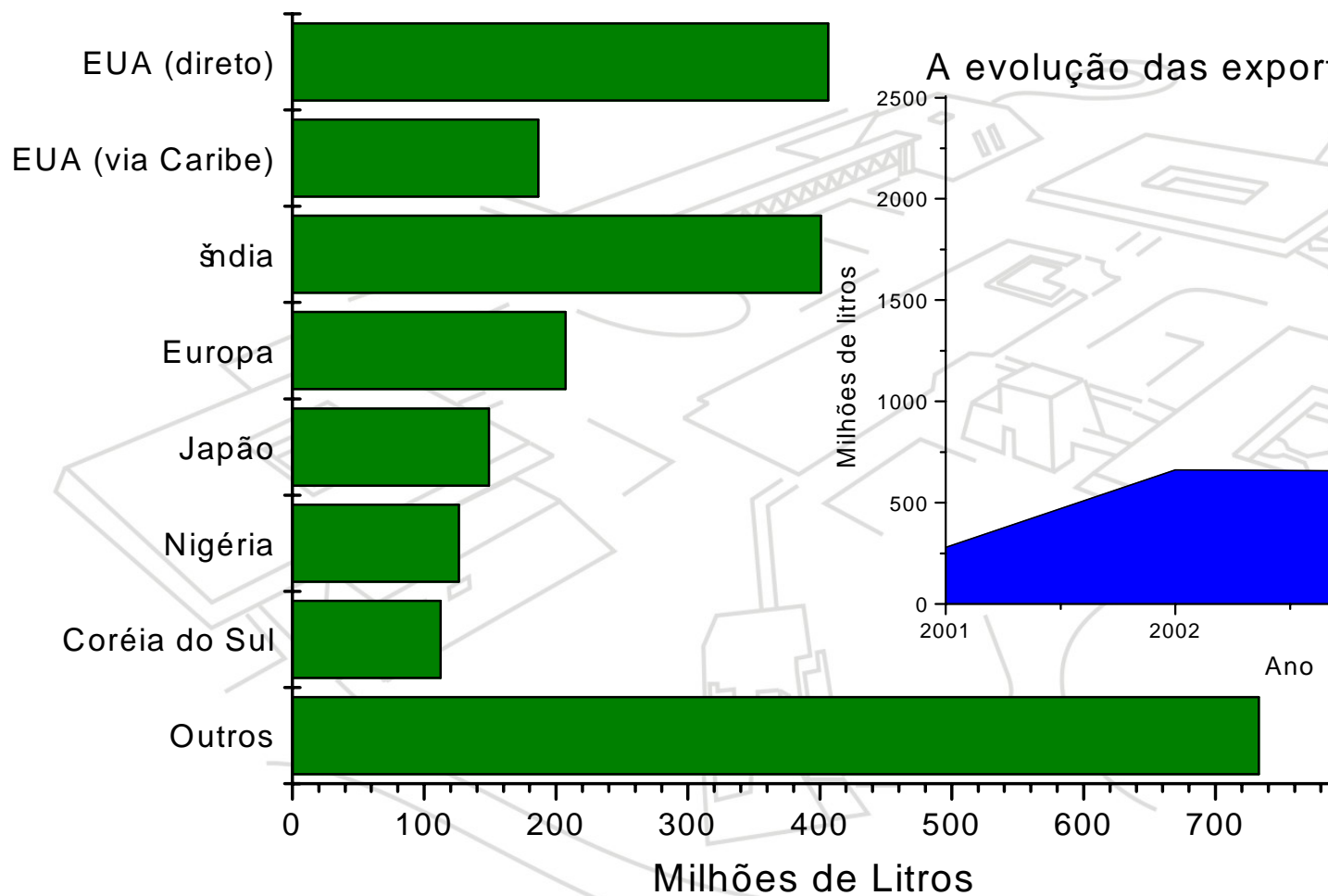
- *Lei nº 10203/2001- Portaria nº 589/2001- 20 a 26%*
- *eliminação do uso do chumbo tetraetila em 1992*
- *aumenta octanagem e dilui contaminantes*
- *menores custos de produção*



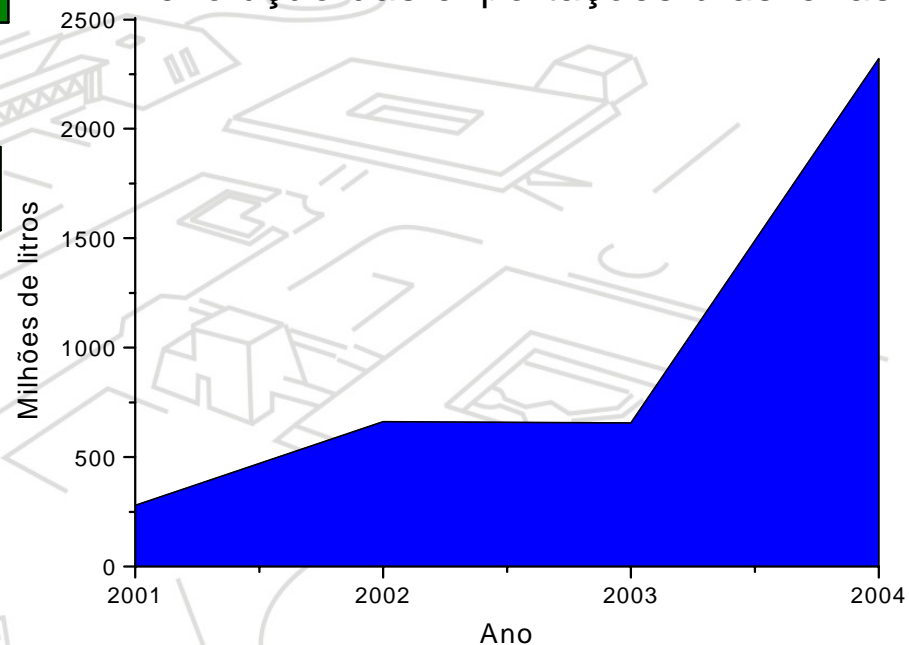
Source: DCAA/SPAE/MAPA

01/07/2006

## Os principais mercados do álcool brasileiro



A evolução das exportações brasileiras





## Exportações

- ***Japão: 1,5 bilhão por ano (3% de mistura de gasolina)***
- ***União Européia: meta de consumo de 13 bilhões por ano***
- ***Índia: maior importador de álcool combustível em 2005***

## *Álcool Combustível Anidro e Hidratado*

- ***Desenvolvimento de Materiais de Referência Certificados (MRC) para álcool combustível anidro e hidratado.***



➤ **MRC: Álcool Combustível**

**HIDRATADO**



**ANIDRO**

**Especificações para Álcool Anidro - ASTM e NYBOT, Suécia, Europa e ANP**

CARACTERÍSTICAS	UNIDADE		ASTM	NYBOT	Suécia	Europa	ANP
Massa Específica (20°C) - máx.	kg/m <sup>3</sup>	máx.			792,0		791,5
Teor Alcoólico a 20°C - mín	INPM, %m/m	mín.					99,3
Teor Alcoólico a 20°C - min	GL, %v/v	mín.	92,1*	98*	99,7*	98,7*	99,6**
Água (Karl Fischer) - máx.	%v/v	máx.	1,0	0,8	0,3	0,3	
Acidez Total - máx.	mg/L (%m/m)	máx.	56 (0,007)	70	56 (0,007)	56 (0,007)	30
Condutividade Elétrica -máx.	uS/m	máx.	-		500		500
pHe	-		6,5 a 9,0	6,5 - 9,0	6,5 - 9,0	6,5 - 9,0	
Cobre - máx.	mg/kg	máx.	0,1	0,1	0,1	0,1	0,07
Cloreto - max.	mg/kg (mg/L)	máx.	40 (32)	40	10	25	
Goma Atual Lavada - máx.	mg/100 mL	máx.	5,0	5,0	5,0		
Aspecto	-		Límp.	Límp.	Límp.	Límp.	Límp.
Cor	-						LA
Metanol - máx.	%v/v	máx.	0,5	0,5	0,5	1	
C3-C5 máx.	%v/v	máx.			2,0 m/m	2,0 m/m	
Teor de desnaturante	%v/v		1,96 a 4,76				
Enxofre - máx.	mg/kg	máx.			50	10	
Fósforo	mg/L	máx.				0,5	
Material não-volátil	mg/L	máx.				100	

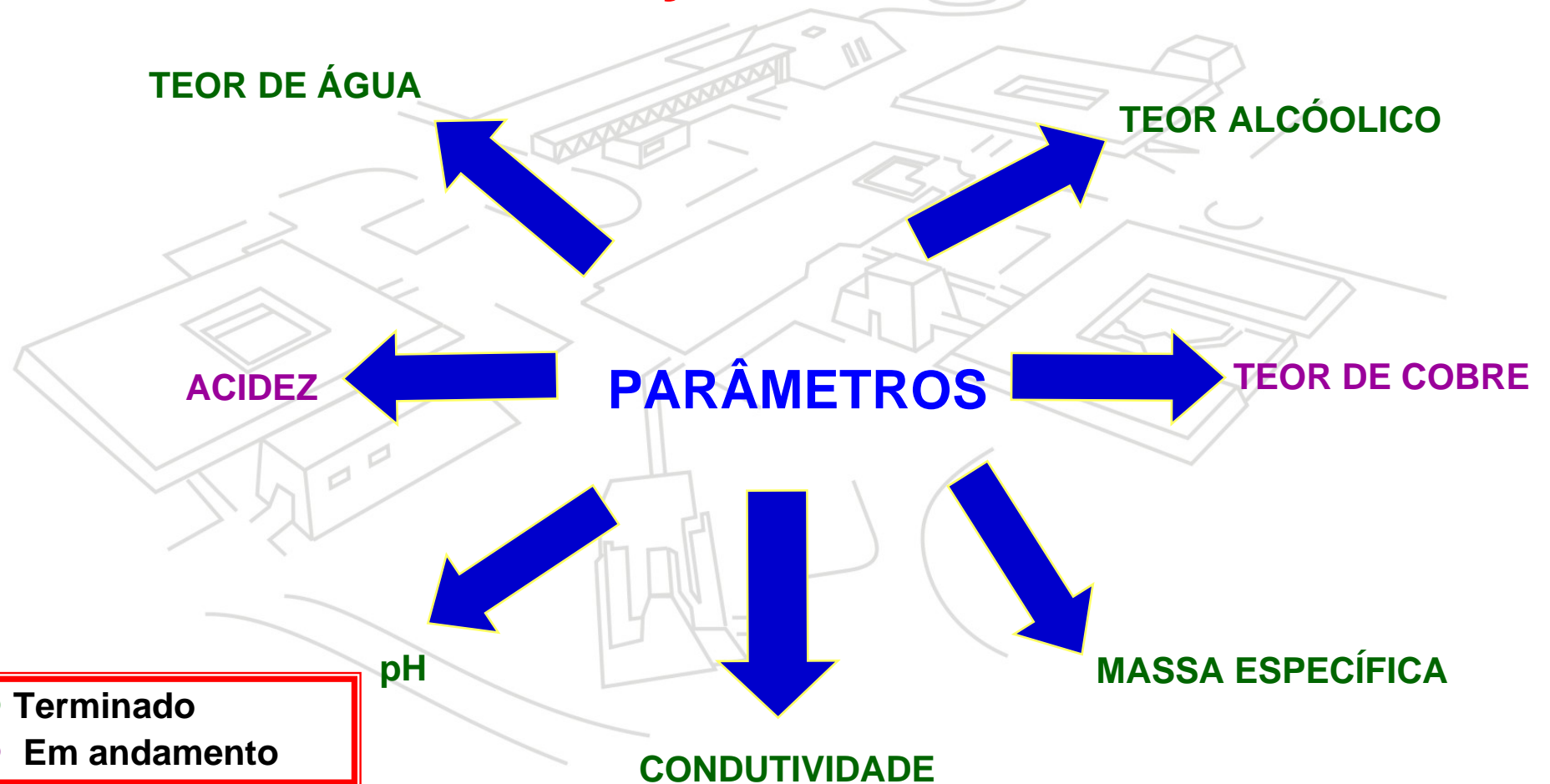
\* determinação por cromatografia

\*\* determinação por densimetria



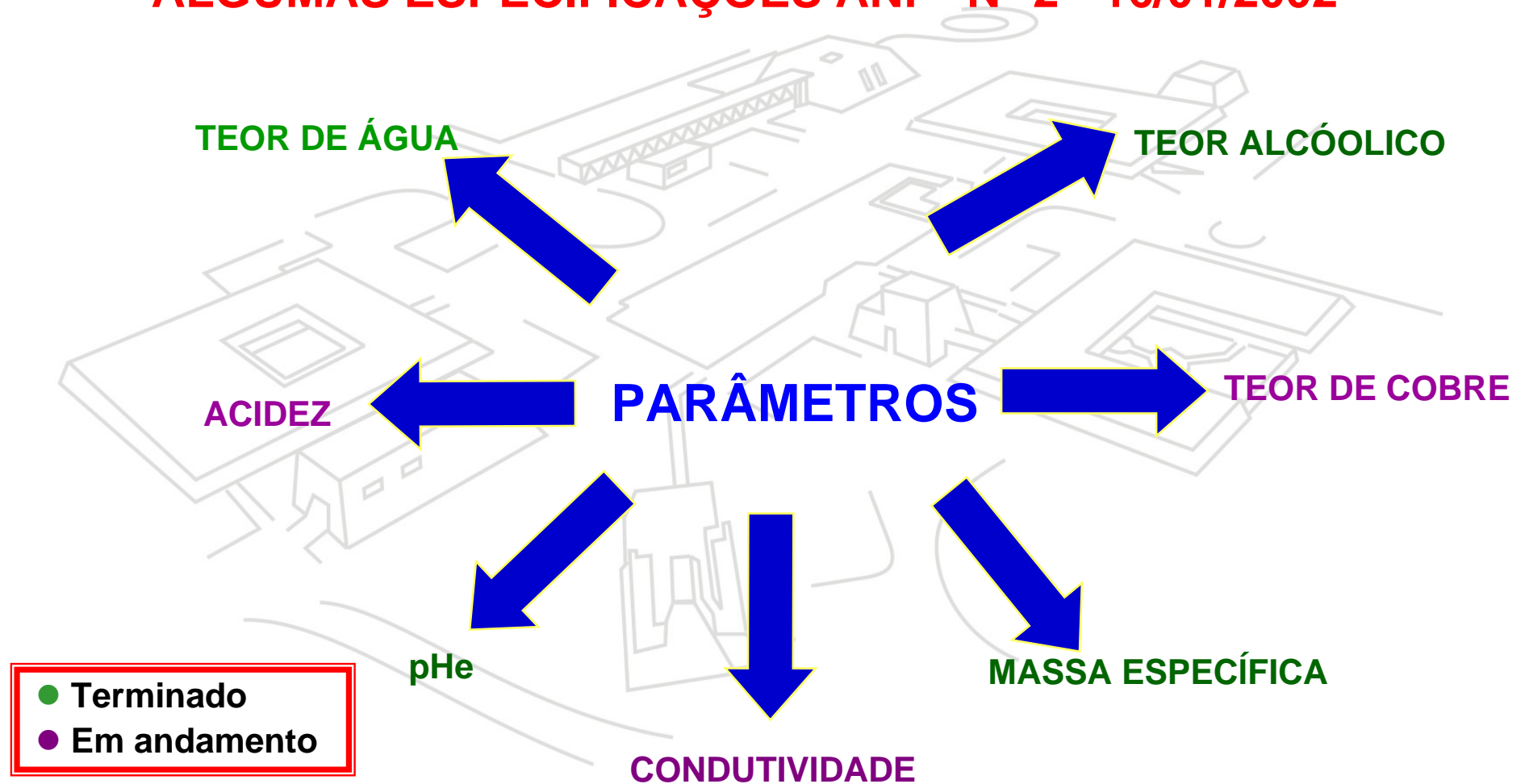
# ÁLCOOL COMBUSTÍVEL HIDRATADO

ALGUMAS ESPECIFICAÇÕES: ANP N° 2 - 16/01/2002



# ÁLCOOL COMBUSTÍVEL ANIDRO

## ALGUMAS ESPECIFICAÇÕES ANP\* N° 2 - 16/01/2002



## Coordenação de Ensaios de Proficiência Nacionais:

- Condutividade
- Cobre em solução aquosa
- Cachaça – arsênio, chumbo, cobre, metanol, butanol e carbamato de etila
- Metais em água (ANA)
- Emissões Veiculares (hidrocarbonetos)
- Agrotóxicos em mamão/manga (INCQS)
- Álcool etílico anidro combustível (em andamento)





**Palma**



**Babaçu**



**Mamona**



**Soja**

**Tipos de Oleaginosas**



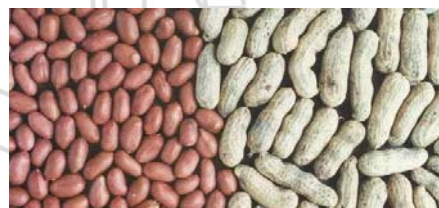
**Girassol**



**Sebo**



**Algodão**



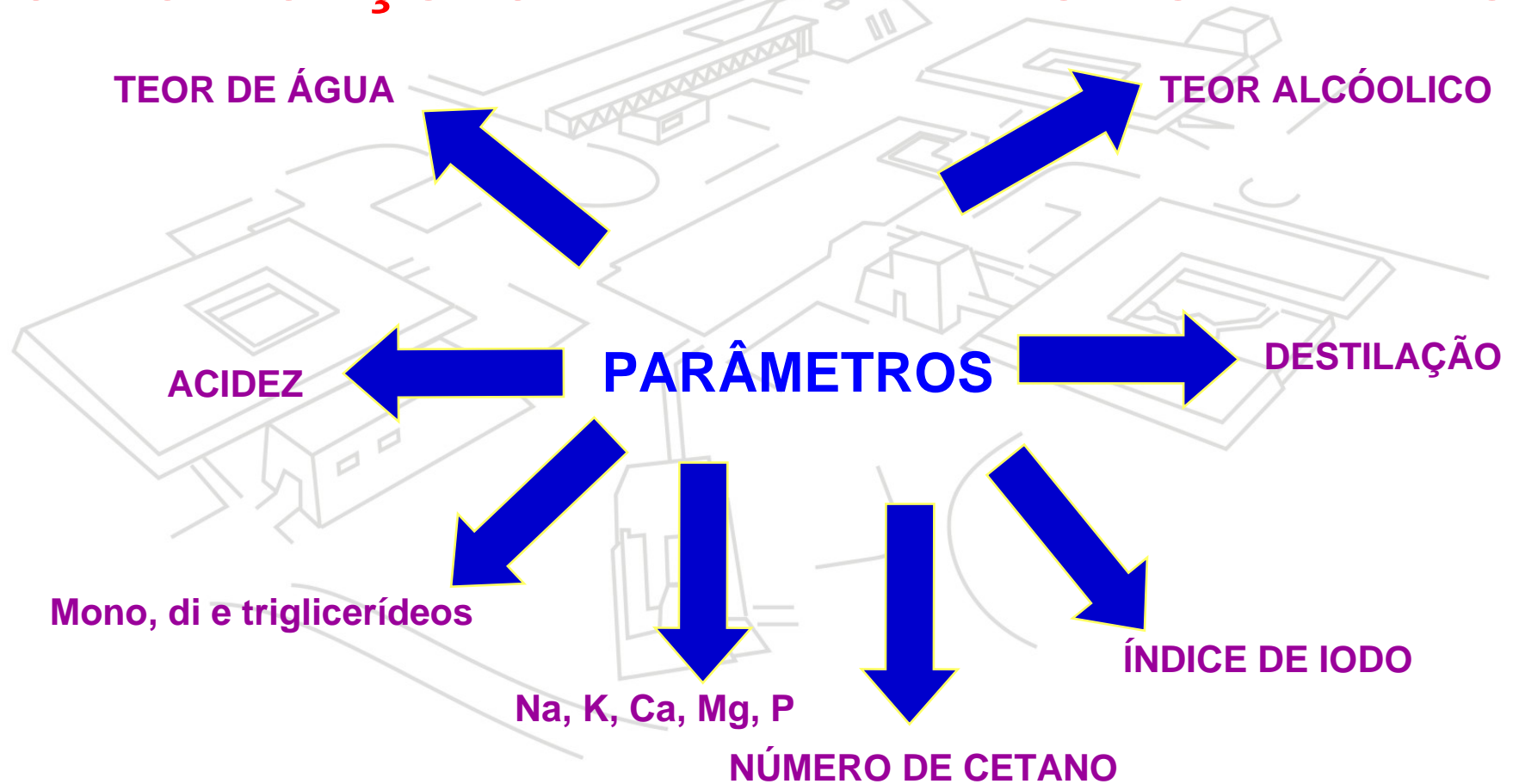
**Amendoim**

**Canola**



# BIODIESEL

## ESPECIFICAÇÕES EM ANDAMENTO NO INMETRO





# ESPECIFICAÇÃO BIODIESEL

CARACTERÍSTICA	UNIDADE	ANP	EUROPA
ASPECTO	- - -	Límpido	
MASSA ESPECÍFICA A 20°C	kg/m <sup>3</sup>	ANOTAR	0,86-0,90
VISCOSIDADE CINEMÁTICA A 40°C, ÁGUA E SEDIMENTOS, MÁX.	mm <sup>2</sup> /s	ANOTAR	3,5-5,0
CONTAMINAÇÃO TOTAL (*)	mg/kg	ANOTAR	24,0
PONTO DE FULGOR, MIN.	°C	100,0	120
TEOR DE ÉSTER	% massa	ANOTAR	96,5
DESTILAÇÃO; 90% VOL. RECUPERADOS, MAX.	°C	360	
RESÍDUO DE CARBONO DOS 100% DEST. FINAL	% massa	0,10	0,30
CINZAS SULFATADAS, MÁX.	% massa	0,020	0,020
ENXOFRE TOTAL (*)	% massa	ANOTAR	0,001
SÓDIO + POTÁSSIO, MÁX.	mg/kg	10	5
CÁLCIO + MAGNÉSIO (*)	mg/kg	ANOTAR	5
FÓSFORO (*)	mg/kg	ANOTAR	10
CORROSIVIDADE AO COBRE, 3 H A 50 °C, MÁX.	- - -	1	1
NÚMERO DE CETANO (*)	- - -	ANOTAR	51
PONTO DE ENTUPIMENTO DE FILTRO A FRIO	°C	B2	
ÍNDICE DE ACIDEZ, MÁX.	mg KOH / g	0,80	0,50
GLICERINA LIVRE, MÁX.	% massa	0,02	0,02
GLICERINA TOTAL, MÁX.	% massa	0,38	0,24
MONOGLICERÍDEOS (*)	% massa	ANOTAR	0,8
DIGLICERÍDEOS (*)	% massa	ANOTAR	0,2
TRIGLICERÍDEOS (*)	% massa	ANOTAR	0,2
METANOL OU ETANOL, MÁX.	% massa	0,5	0,20
ÍNDICE DE IODO (*)		ANOTAR	120
ESTABILIDADE À OXIDAÇÃO A 110°C, MIN	h	6	6

## MRC

### ⇒ NIST x INMETRO

- Proposta: Certificar MR para álcool etílico combustível.

### ⇒ BIOREMA: INMETRO, NIST, NMI e NPL

- Proposta: Certificar MR para álcool etílico combustível e biodiesel em diferentes parâmetros a serem acordados. Organizar um Ensaio de Proficiência.

## ***Histórico***

- ***ANP solicitou à ABNT a revisão das normas de determinação de pH, condutividade, acidez e massa específica em álcool etílico e elaboração de normas para o biodiesel.***
- ***Participantes: ABNT, CTC, ANP, CENPES, MAPA, Petrobras/Transpetro, INMETRO, UNICA, entre outros***

## ***Importância da Revisão e Elaboração de Normas***

- ***Refletir os avanços tecnológicos***
- ***Garantir a qualidade e segurança***
- ***Disseminar o conhecimento técnico-científico***
- ***Introduzir a metrologia química***

## Projetos

- 1. NBR 15341 Biodiesel - Determinação de glicerina livre em biodiesel de mamona por cromatografia em fase gasosa**
- 2. NBR 15342 Biodiesel - Determinação de monoglicerídeos, diglicerídeos e ésteres totais em biodiesel de mamona por cromatografia em fase gasosa**
- 3. NBR 15343 Biodiesel - Determinação da concentração de metanol e/ou etanol por cromatografia em fase gasosa**
- 4. NBR 15344 Biodiesel - Determinação de glicerina total e do teor de triglicerídeos em biodiesel de mamona**



***Muito obrigado pela atenção***

***Consulte o nosso site:***

***[www.inmetro.gov.br](http://www.inmetro.gov.br)***

***Perguntas e sugestões:***

***[dquim@inmetro.gov.br](mailto:dquim@inmetro.gov.br)***