



Serviço Público Federal
Ministério do Desenvolvimento, Indústria, Comércio e Serviços
Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (Inmetro)

Certificado de Material de Referência

DIMCI 0769/2023a

Número do Certificado

Identificação do item

Certificado de Material de Referência (MRC) de Biodiesel de soja

Unidade produtora

Divisão de Metrologia Química (Dquim)

Numeração do lote

MRC 8307.0001

Código do serviço

8307

Data de emissão: A data de emissão deste certificado é correspondente à data da última assinatura eletrônica presente ao final do certificado.

Declaração

O MRC e seu certificado atendem aos requisitos das normas ABNT NBR ISO 17034 [1] e ABNT NBR ISO/IEC 17025 [2] e ao guia ABNT ISO GUIA 31 [3]. Este certificado é válido apenas para o item acima, não sendo extensivo a quaisquer outros e somente pode ser reproduzido de forma integral.

Descrição e preparação do MRC

Este Material de Referência Certificado (MRC) consiste de uma amostra de biodiesel de soja 100%.

O MRC foi envasado sob atmosfera de argônio em ampolas âmbar de 10 mL cada.

Uso pretendido

Este MRC tem sua utilização destinada à validação de metodologia e à garantia da qualidade dos resultados de medição dos parâmetros teores de água, de metanol, de etanol e de ésteres totais, em biodiesel e em matrizes similares. A comutatividade do material não foi avaliada.

Valor certificado

O valor certificado é o que apresenta a mais elevada confiança na sua exatidão e para o qual todas as fontes de erro conhecidas ou potenciais foram pesquisadas e consideradas.

O valor certificado com a sua respectiva incerteza expandida, para um nível de confiança de aproximadamente 95% ($k=2$) [4], está discriminado abaixo:

Teor de água: (0,068 ± 0,006) g/100 g

Teor de etanol: (0,103 ± 0,036) g/100 g

Teor de metanol: (0,034 ± 0,018) g/100 g

Teor de ésteres totais: (93,4 ± 6,4) g/100 g

Para o teor de água, o valor certificado foi obtido pelo Laboratório de Análise Orgânica da Divisão de Metrologia Química do Inmetro, sendo este valor verificado através de uma Comparação Interlaboratorial em Biodiesel, organizada com o propósito de avaliar o valor de propriedade deste material de referência. O valor médio dos laboratórios cujos resultados foram considerados satisfatórios foi concordante com o valor obtido pelo Inmetro. Os laboratórios com valores satisfatórios foram aqueles que declararam o seu método de medição como validado e que forneceram resultados válidos para a análise do material controle NIST SRM 2772 utilizado na comparação. Todos os laboratórios utilizaram a técnica de titulação Karl Fischer coulométrica na determinação do teor de água, mesmo método utilizado pelo Inmetro na atribuição do valor (caracterização).

Para o teor de ésteres totais, encontraram-se, de acordo com o método utilizado, os ésteres palmitato de metila, estearato de metila, oleato de metila, linoleato de metila, vacenato de metila e linolenato de metila. Assim, o valor certificado é referente somente a estes ésteres.

O teor de metanol foi determinado utilizando-se um método de medição de referência. O teor de etanol foi determinado considerando o uso de dois métodos de medição independentes. No item "Método analítico" são apresentados os métodos por meio dos quais foram obtidos todos os valores certificados.

O grau de homogeneidade deste MRC foi determinado e a incerteza inerente à heterogeneidade da amostra está incluída na incerteza expandida do MRC [4, 5].

Valor informativo

Valor informativo é um valor não certificado que não atende aos requisitos da ABNT NBR ISO 17034 para a certificação e pode ou não ser fornecido com incerteza associada. Esta incerteza pode refletir apenas a precisão das medições e não incluir todas as fontes de incerteza ou refletir uma falta de concordância estatística suficiente entre diferentes métodos.

Não aplicável.

Rastreabilidade metrológica

O valor certificado para todos os parâmetros possui rastreabilidade ao kg, unidade de massa do SI, por meio do preparo gravimétrico das soluções de calibração empregando balanças calibradas com padrões de massa nacionais.

O valor certificado para o parâmetro teor de água possui rastreabilidade metrológica pelo uso da técnica de titulação Karl Fischer coulométrica, procedimento primário de medição.

O valor certificado para o parâmetros teor de metanol, teor de etanol e teor de ésteres totais apresenta rastreabilidade metrológica à unidade de quantidade de matéria (mol) do SI pela determinação da pureza de todos os padrões utilizados por balanço de massas.

Método analítico**Teor de água**

O teor de água em biodiesel foi determinado por titulação Karl Fischer coulométrica com solução de Hydranal coulomat AG, um eletrodo de geração de corrente de 400 mA e um eletrodo indicador de platina. A faixa de tensão aplicada foi de 50 a 70 mV. A titulação foi iniciada após a estabilização do equipamento com um *drift* de 20 µg/min em 120 s. As temperaturas utilizadas para a extração de água das replicatas das amostras foram de 140 °C e o valor de massa alvo adotado foi de 2,5 g.

A metodologia supracitada foi a utilizada pelo Laboratório de Análise Orgânica do Inmetro nos estudos de homogeneidade, estabilidade e caracterização.

Teor de ésteres totais, teor de metanol e teor de etanol

Para os estudos de homogeneidade, estabilidade de transporte (curta duração), armazenamento (longa duração) foram utilizados os métodos descritos abaixo:

- a) Determinação de teor de ésteres totais segundo a norma EN 14103:2011 [6] (cromatografia a gás com detector por ionização em chama);
- b) Determinação do teor de etanol por método adaptado da norma NBR 15343:2012 [7] (cromatografia a gás acoplado a espectrômetro de massas);
- c) Determinação do teor de metanol por $^1\text{H-RMNq}$, conforme manual de calibração do Inmetro [8].

Para o estudo de caracterização, foram utilizados os métodos descritos abaixo:

- a) Determinação de teor de ésteres totais segundo a norma EN 14103:2011 [6] (normalização de área) e por curva de calibração externa, ambos por cromatografia a gás com detector por ionização em chama;
- b) Determinação do teor de metanol por método adaptado da norma NBR 15343:2012 [7], com adição padrão e com padrão interno isotópico, por cromatografia a gás acoplado a espectrômetro de massas;
- c) Determinação do teor de etanol por método adaptado da norma NBR 15343:2012 [7], com quantificação por *bracketing* e *exact matching* em duas colunas diferentes, por cromatografia a gás acoplado a espectrômetro de massas.

Subcontratação

Para os ensaios de teor de água, os laboratórios que participaram da comparação interlaboratorial para avaliação do valor de propriedade deste MRC, com resultados satisfatórios foram:

- BSBIOS Indústria e Comércio Biodiesel Sul Brasil S/A (PR), Laboratório de Controle da Qualidade BSBios Marialva
- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Laboratório de Combustíveis do CECOM-IQ/UFRGS.
- Petrobrás Biocombustível S.A., Laboratório de Controle de Qualidade da Usina de Biodiesel de Candeias.
- Universidade Federal de Mato Grosso, Central Analítica de Combustíveis.

Instruções para uso

O MRC somente deve ser aberto após atingir a temperatura ambiente do laboratório. Cada ampola, antes de aberta, deve ser colocada em ultrassom (equipamento com frequência ultrassônica de 40 kHz e potência ultrassônica de 135 Watts RMS) durante 60 minutos a 40 °C. Após aberto, este MRC não poderá ser continuamente utilizado, pois ele contém compostos voláteis.

A massa mínima de MRC a ser utilizada para teor de água é de 2,5 g, para o teor de metanol e etanol é de 0,5 g e para teor de ésteres 10 mg.

Transporte e armazenagem

O MRC deve ser armazenado na temperatura de (4 ± 2) °C.

Todas as informações referentes ao transporte e segurança estão contidas na Ficha de Informação de Segurança de Produtos Químicos (FISPQ), disponível no endereço eletrônico do Inmetro (http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/formularios/form_mrc.asp).

Prazo de validade

O **MRC 8307.0001** é válido até **28 de fevereiro de 2026**.

Este MRC deve ser manuseado e armazenado de acordo com as instruções contidas neste certificado. O certificado não terá valor caso o MRC seja danificado, contaminado ou alterado.

O Inmetro garante a integridade deste MRC desde que respeitadas as condições de utilização do mesmo descritas neste certificado.

O Inmetro mantém um programa de monitoramento de todos os MR e MRC. Qualquer alteração no valor de referência ou no valor certificado durante o prazo de validade será comunicada ao usuário.

Atribuições	Nomes
Chefe Substituto da Divisão de Metrologia Química	Fabiano Barbieri Gonzaga
Chefe do Laboratório de Análise Orgânica	Eliane Cristina Pires do Rego
Responsável pelas medições analíticas	Lucas Junqueira Carvalho
Responsáveis pela avaliação dos resultados	Eliane Cristina Pires do Rego Gabriel Fonseca Sarmanho Wagner Wollinger Bruno Carius Garrido Janaína Marques Rodrigues Caixeiro Werickson Fortunato de Carvalho Rocha Luiz Henrique da Conceição Real

Observações

Este certificado cancela e substitui o certificado **DIMCI 0769/2023** emitido em 06/07/2023.

Histórico de revisão

25/01/2024 : Extensão da validade do material.

26/06/2023: Inclusão de novos parâmetros certificados.

15/12/2021 : Extensão da validade do material.

30/04/2021 : Revisão editorial para emissão de certificado eletrônico.

Referências

[1] ABNT NBR ISO 17034:2017, Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência.

[2] ABNT NBR ISO/IEC 17025: 2017, Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração.

[3] ABNT ISO GUIA 31:2017, Materiais de referência - Conteúdo de certificados, rótulos e documentação associada.

[4] Avaliação de dados de medição - Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM 2008. Tradução da 1ª edição de 2008 da publicação Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement – GUM 2008, do BIPM. Duque de Caxias - RJ, 2012. Publicado pelo Inmetro.

[5] ISO GUIDE 35:2017, Reference materials -- Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.

[6] EN 14103:2011, Fat and oil derivatives - Fatty Acid Methyl Esters (FAME) - Determination of ester and linolenic acid methyl ester contents.

[7] ABNT NBR 15343:2012, Biodiesel — Determinação da concentração de metanol e/ou etanol por cromatografia gasosa.

[8] Wollinger, W. ; Garrido, B. C. CALIBRAÇÃO EM RMNq - Guia para obter resultados rastreáveis ao Sistema Internacional de Unidades (SI) 2019.

Inmetro – Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Xerém – Duque de Caxias – RJ – Brasil – CEP: 25250-020 Dimci – Tel: (21) 2679 9077/9210 – e-mail: mrc-solicitacao@inmetro.gov.br



DOCUMENTO ASSINADO ELETRONICAMENTE COM FUNDAMENTO NO ART. 6º, § 1º, DO [DECRETO Nº 8.539, DE 8 DE OUTUBRO DE 2015](#) EM 31/01/2024, ÀS 14:49, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

ELIANE CRISTINA PIRES DO REGO
Chefe do Laboratório de Análise Orgânica



DOCUMENTO ASSINADO ELETRONICAMENTE COM FUNDAMENTO NO ART. 6º, § 1º, DO [DECRETO Nº 8.539, DE 8 DE OUTUBRO DE 2015](#) EM 01/02/2024, ÀS 08:31, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

FABIANO BARBIERI GONZAGA
Chefe da Divisão de Metrologia Química, Substituto(a)

A autenticidade deste documento pode ser conferida no site

https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **1717357** e o código CRC **3BCD4238**.

