

INSTRUÇÕES AO PARTICIPANTE DO PEP 006-BIODIESEL 11ª RODADA

Descrição das informações para os participantes e o cronograma para as diversas fases do programa de ensaio de proficiência:

1. Identificação do programa e coordenação:

Tabela 1 - Descrição do comitê técnico

Função	Nome	E-mail	Instituição
Coordenador/Estatística	Gerson Eduardo de Mello	gerson@exactusmetrologia@com.br	EXACTUS
Coordenação/Gerente da Qualidade	Eve Melo	eve@exactusmetrologia.com.br	EXACTUS
Supervisão Técnica	Vanusa dos Santos	laboratorio_biodiesel@oleoplanver.com.br	OLEOPLAN
Supervisão Técnica	Morgana Dalla Costa	Morgana.dallacosta@oleoplanver.com.br	OLEOPLAN

2. Contato com a coordenação:

Para qualquer dúvida ou informação, deve-se entrar em contato:

Tabela 2 - Contato

E-mail	interlab@exactusmetrologia.com.br
Telefone	(51) 99334-58-70

3. Matriz:

Biodiesel B100.

4. Mensurandos da comparação:

Tabela 3 - Descrição dos parâmetros

Mensurando	Faixa	Unidade	Expressão do Resultado
Massa específica a 20° C	850 a 900	kg/m ³	1 casa decimal
Viscosidade Cinemática a 40°C	3,0 a 6,0	mm ² /s	2 casas decimais
Teor de Água, máx.	150 a 350	mg/kg	2 casas decimais
Ponto de fulgor, mín.	60 a 190	°C	1 casa decimal
Teor de éster, mín	95 a 100	%	2 casas decimais
Cinzas sulfatadas, máx.	0,002 a 0,01	%massa	3 casas decimais
Enxofre total, máx.	0,18 a 15	mg/kg	2 casas decimais
Sódio + Potássio, máx.	0,2 a 2,5	mg/kg	2 casas decimais
Cálcio + Magnésio, máx.	0,2 a 2,5	mg/kg	2 casas decimais
Fósforo, máx.	0,1 a 10	mg/kg	2 casas decimais
Índice de acidez, máx.	0,1 a 0,5	mg/KOH/	2 casas decimais
Glicerol livre, máx.	0,003 a 0,03	%massa	3 casas decimais
Glicerol total, máx.	0,1 a 0,3	%massa	3 casas decimais
Monoglicerol	0,4 a 0,9	%massa	2 casas decimais

Diacilglicerol	0,05 a 0,3	%massa	2 casas decimais
Triacilglicerol	0,01 a 0,2	%massa	2 casas decimais
Metanol ou Etanol, máx.	0,008 a 0,05	%massa	2 casas decimais
Índice de Iodo	100 a 120	g/100g	2 casas decimais
Estabilidade à oxidação a 110°C, mín.	0,1 a 20,0	h	-
Ponto de Entupimento de filtro a frio	0 a 5	°C	1 casa decimal
Contaminação Total, máx.	6 a 30	mg/kg	1 casa decimal
Aspecto			-
Corrosividade ao cobre, 3h a 50 °C			-

OBS: Caso o laboratório não reporte o valor numérico do ensaio e informe nas observações que o resultado encontrado foi inferior ao LQ ou LD, não será avaliado o desempenho dos dados enviados. Os resultados serão enviados conforme planilha fornecida pelo provedor. Os ensaios devem ser realizados pelo participante sem duplicata.

5. Metodologia do ensaio:

Caso o participante utilize um método diferente dos definidos neste programa, os resultados não serão considerados para definição da média robusta e desvio padrão robusto. Quando o participante utilizar um método diferente dos definidos no programa, ele deverá informar o método no campo "Observações" no formulário para registro dos resultados disponível na Área do Cliente.

As metodologias apresentadas na Tabela 4, são consideradas equivalentes conforme definido na resolução 45 de 2014 da ANP – Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis.

Tabela 4 – Métodos de ensaio

Descrição do mensurando	Métodos definidos para o EP		
	ABNT	ASTM D	EN/ISO
Massa específica a 20° C	7148 - 14065	1298/ 4052	3675/12185
Viscosidade Cinemática a 40°C	10441	445	3104
Teor de Água, máx.	-	6304	12937
Ponto de fulgor, mín.	14598	93	3679
Teor de éster, mín.	15764	-	14103
Cinzas sulfatadas, máx.	6294	874	3987
Enxofre total, máx.	15867	5453	20846/20884
Sódio + Potássio, máx.	15554/15555 15553/15556	-	14108/14109 14538
Cálcio + Magnésio, máx.	15553/15556	-	14538
Fósforo, máx.	15553	4951	14107/16294
Índice de acidez, máx.	14448	664	14104
Glicerol livre, máx.	15908/15771	6584	14105/14106
Glicerol total, máx.	15344/15908	6584	14105
Monoglicerol	15342/15344	6584	14105
Diglicerol	15342/15344	6584	14105

Triglicerol	15342/15344	6584	14105
Metanol ou Etanol, máx.	15343	-	14110
Índice de Iodo	-	-	14111
Estabilidade à oxidação a 110°C, mín.			14112/15751
Ponto de Entupimento de filtro a frio	14747	6371	116
Contaminação Total, máx.	15995		12662
Aspecto	-	-	-
Corrosividade ao cobre, 3h a 50 °C	14359	130	2160

6. Detalhes que podem influenciar o ensaio:

O biodiesel, apesar de ser considerado quimicamente estável, porém para armazenamento prolongado apresenta algumas suscetibilidades. Estudos realizados por períodos de 12 meses mostraram tais suscetibilidades. Dentre os fatores podemos descrever:

- Degradação química: Oxidação pelo contato com ar, luz e metais.
- Decomposição térmica quando exposto a altas temperaturas. Também acelera a oxidação resultando em um aumento da sua densidade, viscosidade e índice de acidez.
- Hidrólise pelo contato com água ou umidade.
- Degradação pela contaminação microbiana. A biodegradação é mais problemática em sistemas de armazenamento com baixa rotatividade onde o combustível permanece armazenado por mais de 30 dias. A presença de água livre ou dissolvida é um fator limitante para esse processo.
- Poderá haver diferenças significativas entre laboratórios quanto a análise de teor de água devido a propriedade higroscópica do biodiesel. Recomenda-se realizar tal análise imediatamente após aberto o frasco.
- O programa não se limita aos métodos descritos no programa, porém para fins de obtenção do valor designado, serão considerados apenas os resultados obtidos por métodos recomendados em cada análise.
- Prazo para realização dos ensaios.

7. Procedimento detalhado para preparação ou acondicionamento, ou ambos, dos itens de ensaio de proficiência antes da realização dos ensaios:

Os participantes, ao receberem o item de ensaio, deverão armazená-lo em local seco e arejado, em temperatura ambiente, dentro da embalagem original. Cada participante do programa deve receber uma caixa com os seguintes frascos:

Tabela 5 - Frascos de amostras para os participantes do EP

Mensurando para análise	Número de frascos	Volume mínimo
Teor de Água	1	100 mL
Contaminação Total	1	1000 mL
Demais mensurandos	1	1000 mL

Os frascos de amostras destinadas aos ensaios de Teor de Água e Contaminação Total devem ser abertos e ensaiados na data estipulada pelo provedor. Os demais frascos devem ser ensaiados dentro do período estipulado pelo provedor, conforme indicado na Tabela 6.

8. Quaisquer instruções apropriadas sobre o manuseio dos itens de ensaio de proficiência, incluindo quaisquer requisitos de segurança:

As amostras deverão ser manuseadas com cuidado, evitando choques, evitando assim possíveis vazamentos e contaminação. Após aberto o recipiente o laboratório deverá seguir os procedimentos normais previstos pelo procedimento do participante.

9. Quaisquer condições ambientais específicas para o participante realizar ensaios e, se relevante, qualquer requisito para que os participantes relatem condições ambientais relevantes durante o período da medição:

Não há qualquer condição ambiental específica, que não esteja dentro da rotina de análise determinada pelas metodologias específicas recomendadas neste programa.

10. Instruções específicas e detalhadas sobre a maneira de registrar e relatar os resultados da medição ou do ensaio e suas incertezas associadas. Se as instruções incluírem a expressão da incerteza do resultado ou da medição, esta deve incluir o fator de abrangência e, quando praticável, a probabilidade de abrangência:

Os resultados deverão ser registrados em formulário específico disponibilizado dentro da Área do Cliente do participante via site, mediante login e senha. Não serão consideradas as incertezas de medição para avaliação de desempenho do participante. Atentar para a apresentação dos resultados obedecendo o número de casas decimais previstos para cada ensaio.

11. Cronogramas das atividades

Tabela 6 - Cronograma do Participante

CRONOGRAMA DE ATIVIDADES PARA O PARTICIPANTE	
ATIVIDADE PREVISTA	DATAS
Início das inscrições	23/01/2023
Encerramento das inscrições	05/04/2023
Envio das amostras para os participantes	02/05/2023
Prazo para confirmação do recebimento das amostras	09/05/2023
Realização do ensaio de Teor de Água	15/05/2023
Realização do ensaio de Contaminação Total	15/05/2023
Realização dos demais ensaios	16/05/2023 à 19/05/2023
Envio dos resultados pelo participante	19/05/2023
Disponibilização do relatório pelo provedor	21/06/2023
Prazo final para apelações	28/06/2023

12. Instruções quanto ao retorno do item

Não se aplica. Os itens devem ser descartados conforme procedimento do próprio participante.

13. Regras de arredondamento

Aplicam-se aos algarismos decimais situados na posição seguinte ao número de algarismos decimais que se queira transformar, ou seja, se tivermos um número de 4, 5, 6, n algarismos decimais e quisermos arredondar para 2, aplicar-se-ão estas regras de arredondamento:

- Se o algarismo decimal seguinte for 0,1,2,3 ou 4, o anterior não se modifica.
- Se o algarismo decimal seguinte for 5,6,7,8 ou 9, ao anterior incrementa-se uma unidade.

14. Instruções extras para o participante

- Ao receber as amostras, é necessário confirmar o recebimento, através do ícone **"RECEBIMENTO DOS ARTEFATOS"** na Área do Cliente.
- Preencher os resultados no ícone **"PREENCHIMENTO DE RESULTADOS"** na Área do Cliente, com atenção, gravar os resultados. Após inserir TODOS os resultados das medições realizadas, enviar os resultados através do Ícone em VERMELHO **"ENVIO DE RESULTADOS"**. Uma vez enviado os resultados, não haverá possibilidade de edição / alteração.
- Os resultados devem ser preenchidos adequadamente, no espaço específico para cada dado, respeitando as casas decimais.
- O provedor subcontrata os serviços laboratoriais para o estudo de homogeneidade e estabilidade.