


---

**ECOLOGIA**

---

**IVO SHODJI TAMADA**

**AVALIAÇÃO TOXICOLÓGICA DURANTE A  
BIODEGRADAÇÃO DE ÓLEOS E  
BIODIESEL**



Rio Claro  
2009

IVO SHODJI TAMADA

AVALIAÇÃO TOXICOLÓGICA DURANTE A BIODEGRADAÇÃO DE ÓLEOS  
E BIODIESEL

Orientador: Prof. Dr. Ederio Dino Bidoia

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado  
ao Instituto de Biociências da Universidade  
Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” -  
Câmpus de Rio Claro, para obtenção do grau  
de Ecólogo.

Rio Claro  
2009

576 Tamada, Ivo Shodji  
T153a Avaliação toxicológica durante a biodegradação de óleos e biodiesel /  
Ivo Shodji Tamada. - Rio Claro : [s.n.], 2009  
108 f. : il., figs., gráfs., tabs., fots.

Trabalho de conclusão de curso (Ecologia) - Universidade Estadual  
Paulista, Instituto de Biociências de Rio Claro  
Orientador: Ederio Dino Bidoia

1. Microorganismos. 2. Toxicologia. 3. Biorremediação. I. Título.

À minha Família, especialmente ao  
meu irmão Kodji, que me  
ensinou a lição mais  
dura e importante  
da minha  
Vida.

## Resumo

Atividades relacionadas com a extração do petróleo, bem como as atividades derivadas envolvem grandes riscos, que podem ser ambientais ou à saúde humana. Podem ser de forma direta, como os derramamentos, ou indireta, como resíduos gerados pela sua utilização, poluindo ar, corpos d'água e solos. A biorremediação consiste na utilização de microrganismos tais como as bactérias, fungos filamentosos e leveduras para remediar um ambiente contaminado, transformando os compostos em algo pouco tóxico ou sem nenhuma toxicidade. A ciência que estuda os efeitos tóxicos nos organismos e no ambiente se chama toxicologia. Por isso existe uma íntima ligação entre essas duas ciências. O presente projeto tem como objetivo estudar a toxicidade de óleos lubrificantes automotivos (mineral novo, sintético novo e usado), óleos vegetais (novo e usado) e biodiesel durante sua biodegradação em ambiente terrestre. Análises descritivas e comparativas são as bases para o estudo e compreensão da biodegradação dos contaminantes aqui citados. Os testes toxicológicos darão uma idéia de biodegradação dos diferentes contaminantes no solo. Para os testes de toxicidade serão utilizadas sementes de *Eruca sativa* (rúcula), sementes de *Lactuca sativa* (alface) e *Eisenia andrei* (minhoca). Após 180 dias de biodegradação dos compostos pôde-se concluir que o óleo lubrificante sintético é o mais biodegradável e os demais contaminantes necessitam de tempo de biodegradação superior a 6 meses para que sua toxicidade fique baixa.

Palavras-chave: biodegradação, toxicologia, óleos, biodiesel

# SUMÁRIO

	Página
1. INTRODUÇÃO.....	6
2. OBJETIVO.....	8
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	9
3.1. Legislação.....	9
3.2. Solos e microrganismos.....	10
3.3. Biorremediação e biodegradação.....	11
3.4. Toxicologia.....	13
3.5. Poluição, uma visão ecológica.....	14
3.6. Óleos lubrificantes automotivos.....	15
3.7. Óleos vegetais.....	18
3.8. Biodiesel.....	18
4. MATERIAL E MÉTODOS.....	22
4.1. Material.....	22
4.1.1. Solo.....	22
4.1.2. Óleos lubrificantes e vegetais e biodiesel.....	22
4.1.3. Microrganismos.....	24
4.1.4. Equipamentos.....	24
4.1.5. Organismos teste.....	25
4.2. Métodos.....	25
4.2.1. Realização do trabalho.....	25
4.2.2. Coleta de solo.....	26
4.2.3. Preparo de inóculo.....	26
4.2.4. Teste de toxicidade aguda utilizando sementes de <i>Eruca sativa</i> (rúcula) e <i>Lactuca sativa</i> (alface).....	28
4.2.5. Teste de toxicidade aguda utilizando <i>Eisenia andrei</i> (minhoca).....	31
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	32
5.1. Experimento pilo: escolha da concentração.....	32
5.2. Experimento no tempo T=0.....	36
5.3. Experimento no tempo T=60.....	39
5.4. Experimento no tempo T=120.....	42
5.5. Experimento no tempo T=180.....	45
5.6. Análises entre os tempo de biodegração.....	48
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	52
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	54
8. ANEXOS.....	59
8.1. Anexo A – Resolução CONAMA nº. 362/2005.....	59

8.2.Anexo B – Portaria nº. 125 – Agência Nacional do Petróleo (ANP).....	79
8.3.Anexo C – Revisão da Resolução CONAMA nº. 09/93.....	85
8.4.Anexo D – Resolução nº. 7 – Agência Nacional do Petróleo (ANP).....	94

## 1 - INTRODUÇÃO

Atividades relacionadas com a extração do petróleo, bem como as atividades derivadas envolvem grandes riscos, que podem ser ambientais ou à saúde humana. Podem ser de forma direta, como os derramamentos, ou indireta, como resíduos gerados pela sua utilização, poluindo ar, corpos d'água e solos.

Um agente tóxico pode ser qualquer tipo de substância, dependendo: das condições de exposição, dose administrada ou adsorvida, frequência, tempo de exposição e via pela qual é administrada (BARROS e DAVINO, 2003).

A toxicologia ambiental estuda os efeitos nocivos de algum agente químico nos seres vivos do ambiente (PASSARELLI, 2003) e, segundo Truhaut, de forma mais integrada com o meio ambiente (levando em consideração os mecanismos ecológicos) tem-se a ecotoxicologia (PASSARELLI, 2003).

O teste de germinação, um importante teste toxicológico, constitui um recurso prático, de baixo custo, e de sensibilidade razoável na indicação qualitativa da presença de substâncias tóxicas ou inibidores biológicos (INAZAKI, 2001). Ainda mais difundido que o teste de germinação, o teste com minhoca (*Eisenia foetida*) é um recurso bastante utilizado e com protocolo fortemente firmado.

Juntamente à toxicologia, estudos que visam remediar a situação causada pelo próprio homem são constantemente realizados, assim como métodos de controle ou mesmo de avaliação de impacto. Uma das metodologias bastante empregada e estudada é a da biorremediação, que consiste no uso de microorganismos para degradar uma substância poluente, transformando-a em outra com menos toxicidade ou mesmo nenhuma.

Os hidrocarbonetos poliaromáticos fazem parte da composição dos óleos lubrificantes e tais compostos são classificados como carcinogênicos (COTTON et al., 1977). Os óleos minerais apresentam uma grande concentração de hidrocarbonetos poliaromáticos em sua composição tornando-os mais danosos aos seres vivos, entre eles o homem (COTTON et al., 1977).



Por isso existe grande importância em saber a quantidade limite suportável pelo ambiente e homem, que se obtém através de estudos toxicológicos utilizando organismos sensíveis.

O comportamento ambiental e as propriedades dos lubrificantes são bases para o desenvolvimento de novos fluidos (EISENTRAEGER et al., 2002).

Assim, pesquisas com lubrificantes de menor impacto ambiental e com capacidade de biodegradação mais acelerado tem-se tornado uma alternativa comercializável inteligente (BASU et al., 1998; GOYAN et al. 1998).

## 2 - OBJETIVO

O presente projeto tem como objetivo estudar a toxicidade durante a biodegradação de óleos lubrificantes automotivos (mineral novo, sintético novo e usado), óleo vegetal (novo e usado) e biodiesel (B100) em ambiente terrestre. As avaliações toxicológicas durante a biodegradação foram observadas através do uso de organismos testes: sementes de *Eruca sativa* (rúcula), sementes de *Lactuca sativa* (alface) e a *Eisenia andrei* (minhoca).

### **3 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### **3.1 - Legislação**

Os óleos lubrificantes apresentam suma importância para motores em geral, aumentando sua vida útil. O mesmo se pode falar dos óleos vegetais tão comuns em nossas cozinhas. Sua versatilidade faz com que seja um produto indispensável para qualquer residência. A necessidade de óleos lubrificantes e óleos vegetais os transformam em grandes soluções e graves problemas em determinados momentos. Soluções no momento de seu uso e problemas no momento de descarte.

A utilização de todos os tipos de óleo lubrificante tem que obedecer a uma série de leis que padronizam a forma de descarte e uso de tais óleos. Além de exigir de produtores o esclarecimento sobre os riscos que o produto pode gerar no meio ambiente.

Resoluções CONAMA e Portarias da ANP promovem uma séria de normas visando adequar à comercialização, uso e descarte de resíduos e embalagens.

Para óleos lubrificantes existe a Resolução CONAMA 362/05 (ANEXO A), na qual especifica suas características e determina que todo o óleo usado ou contaminado deve ser recolhido e rerrefinado ou destinado a um fim de forma a não afetar negativamente o meio ambiente. Muito semelhante a esta Resolução tem-se a Portaria da ANP nº 125 e a Resolução CONAMA nº 09/93 – Rerrefino de Óleo Lubrificante Usado (BRASIL, 2004), respectivamente em ANEXO B e C.

No que diz respeito a prevenções, acidentes, planos de emergência, compensações ambientais e licenciamentos pode ser encontrado em Resoluções do CONAMA nº 273/2000; nº 306/2000; nº 293/2001; nº 306/2002; nº 350/2004 e nº 371/2006.

### 3.2 - Solos e Microorganismos

Todos os tipos de solo se originam a partir da decomposição das rochas pela ação do intemperismo. Sua formação e composição dependem de uma série de fatores ligados ao tempo e processos físico-químicos e biológicos de decomposição e fragmentação, como: expansão e contração térmica, alteração química, transporte e sedimentação (gravidade, chuvas etc), transporte eólico, formação do solo orgânico, evolução pedogênica (VARGAS, 1977). Os microorganismos estão intimamente ligados a formação e decomposição de rochas, acrescentando matéria orgânica e contribuindo na formação pedogênica.

O solo, de modo geral, é composto por 3 partes: sólida, líquida e gasosa (SMILES, 1988). A sólida é formada por uma parte inorgânica (areia, silte e argila) e outra orgânica (ligninas, hemiceluloses, amido, pectina etc.), a líquida é formada por soluções no solo e a parte gasosa pelo ar que circundam a parte líquida e sólida (ZILLI ET AL, 2003). Abaixo a Figura 1 ilustra um solo genérico.



**Figura 1:** Figura ilustrativa de um solo genérico.

Os microorganismos no solo assumem papel muito importante no processo ecológico. Sendo os decompositores de matéria orgânica os mais comumente conhecidos e citados. Eles transformam substâncias orgânicas em seus componentes básicos: água, gás carbônico e minerais, além da energia, que volta na forma de calor (PRIMAVESI, 1987).

Os microorganismos apresentam-se em grande quantidade no solo. Em uma única colher de terra pode se encontrar entre 100 e 200 milhões de micróbios, representando somente 0,05% do peso total (PRIMAVESI, 1987).

Os microorganismos apresentam papel muito importante na ecologia do solo, que através de processos metabólicos transformam milhões de compostos orgânicos. Essa transformação de compostos, chamado de biodegradação é a principal guia do ciclo de degradação do carbono (WACKETT e ELLIS, 1999 *apud* SOARES JUNIOR, 2008).

Os compostos derivados do petróleo e óleos vegetais são fontes de carbonos e, por isso, sujeito a biodegradação. Para tanto, microorganismos especializados ou mesmo selecionados devem agir de forma conjunta a fim de biodegradar tal material, essa “sociedade” de microorganismos se chama consórcio.

Para que ocorra um processo de biodegradação são necessárias as seguintes condições: a disponibilidade do composto alvo aos microorganismos, proximidade dos compostos aos microorganismos e a inclusão nos processos metabólicos dos microorganismos (RÉGIS, 2000; SILVA et al, 2002 e INAZAKI, 2003).

### **3.3 - Biorremediação e Biodegradação**

Derrames de petróleo são mais comuns do que se pode imaginar. Os derrames acontecem comumente próximos a plataformas continentais, trazendo riscos a fauna, flora e comunidades antrópicas local.

A capacidade de microrganismos utilizarem hidrocarbonetos como fonte de carbono foi apresentado por Zobell em 1946 (ROSATO, 1997). Além de constatar isso, Zobell verificou que os microrganismos são amplamente distribuídos na natureza e a utilização de hidrocarbonetos era altamente dependente da natureza

química dos compostos formadores da mistura do petróleo e das condições ambientais.

No caso de um acidente com petróleo no mar, os processos de biodegradação passam a ter importância a partir de 100 horas após o acidente. O processo de biodegradação é influenciado pela temperatura da água e pela disponibilidade de nutrientes, principalmente nitrogênio e fósforo (DAVIDS, 2005).

Como o petróleo se apresenta sempre como uma mistura, é de consenso que a sua biodegradação varie conforme sua composição, atividade microbiana, condições ambientais (temperatura, pH, salinidade etc.), quantidade de oxigênio, nutrientes e tempo. Alguns compostos são facilmente evaporados ou biodegradados, enquanto outros persistem recalcitrantes na natureza (ROSATO, 1997).

A biodegradação de hidrocarbonetos para o CO<sub>2</sub> envolve uma reação de oxidação, por isso a maioria dos microrganismos são aeróbicos. Apesar de aparentemente ocorrer também processos anaeróbicos em menor escala na biodegradação de outros compostos (ROSATO, 1997).

A biorremediação *in situ*, ou seja, no local onde ocorre o derrame, atualmente é considerada uma alternativa promissora ao utilizar microrganismos na limpeza de compostos tóxicos pela sua diminuição da concentração de determinados poluentes. A compreensão desse processo é importante em casos de derrames de produtos como o petróleo em mares ou rios, além de fornecer alternativas no descarte de produtos potencialmente poluentes (ROSA et al., 2007 *apud* MONTAGNOLLI, 2008).

A biorremediação também abrange estudos *ex situ*, que consiste na remoção física do material contaminante para posterior tratamento (BOOPATHY, 2000). A biorremediação pode se apresentar de várias maneiras, conforme a metodologia.

Existe o *Landfarming* (tratamento *in situ* ou *ex situ* em que o resíduo é biodegradado biologicamente na camada superior do solo), compostagem (utilização de microrganismos termofílicos aeróbicos utilizando pilhas para biodegradar os contaminantes), biorreatores (a biodegradação ocorre em um recipiente, podendo ser utilizado para líquidos ou suspensões), bioventilação (bioestimulação pela adição de oxigênio), biofiltro (utilização de uma coluna de microrganismos para tratamento de emissões atmosféricas), bioaugmentação (inoculação de microrganismos especializados para degradar o contaminante), bioestimulação (adição de nutrientes

para estimulação de microrganismos indígenas), biorremediação intrínseca (apenas uma acompanhamento da biorremediação natural) e “Pump and treat”, que consiste no bombeamento das águas subterrâneas para tratamento e reintrodução (BOOPATHY, 2000).

### 3.4 - Toxicologia

A Toxicologia é a ciência que estuda efeitos nocivos de substâncias químicas no organismo decorrente de uma interação (OGA e SIQUEIRA, 2003; KLAASSEN and EATON, 1991 *apud* FORBES e FORBES), variando conforme o tipo de exposição.

A Toxicologia é muito antiga e acompanha o desenrolar da história da civilização desde épocas muito remotas, através dos conhecimentos dos efeitos de venenos animais e variedades de plantas tóxicas (OGA e SIQUEIRA, 2003). Documentos antigos mostram a utilização de substâncias tóxicas a cerca de 1500 a.C., como no Papiro de Ebers, apresentando uma lista com cerca de 800 ingredientes ativos, incluindo metais, venenos de animais e diversos vegetais tóxicos (OGA e SIQUEIRA, 2003).

A toxicologia abrange uma área de estudo grande e muito importante, envolvendo saúde pública, segurança, estudos de fármacos e agentes tóxicos, estudo forense, entre outros.

A toxicologia se divide de acordo com o campo de trabalho: Toxicologia Analítica, Toxicologia Clínica e Toxicologia Experimental (OGA e SIQUEIRA, 2003).

A Toxicologia Analítica estuda métodos precisos de sensibilidade para identificação de toxicantes ou alterações bioquímicas funcionais no organismo (OGA e SIQUEIRA, 2003). A Toxicologia Clínica ou Médica está ligada a prevenção e diagnóstico de intoxicação e posterior aplicação de tratamento específico (OGA e SIQUEIRA, 2003). A Toxicologia Experimental envolve o estudo de mecanismos de ação de agentes tóxicos no sistema biológico, avaliando os efeitos dessa interação (OGA e SIQUEIRA, 2003).

As várias formas de atuação da toxicologia mostra sua grande importância no que diz respeito a análises e estudos de ambientes naturais e artificiais (ambiente de trabalho).

As formas de estudo estão ligadas às áreas de atuação, ou seja, de acordo com a natureza do agente ou como o mesmo afeta o sistema biológico. As mais importantes áreas e atuação são a toxicologia ambiental, ocupacional, alimentícia, de medicamentos e cosméticos e social (OGA e SIQUEIRA, 2003).

Dentro da Toxicologia existem dois ramos bastante semelhantes de estudo, a Toxicologia Ambiental, que estuda o efeito tóxico de um agente em alguma espécie de ser vivo e a Ecotoxicologia, que estuda o agente tóxico de forma mais integrada ao meio ambiente, tendo em vista os sistemas ecológicos (PASSARELLI, 2003)

A ecotoxicologia é o ramo da toxicologia que trata do estudo dos efeitos tóxicos causados por poluentes naturais ou sintéticos, nos ecossistemas, nos animais (incluindo o homem), vegetais e micróbios (Truhaut, 1977 *apud* FORBES e FORBES, 1994).

### **3.5 - Poluição, uma Visão Ecológica**

Uma visão mais antropocêntrica diz que poluição é tudo aquilo que o homem produz (matéria ou energia) que causa prejuízo ao próprio homem. Mas de modo geral pode se dizer que poluição é qualquer ação do homem, que gera algum produto ou mesmo energia atingindo negativamente o ambiente, por isso se leva em consideração todos os fatores ecológicos.

Segundo Derísio (2007) a poluição pode ser dividida em 4 tipos: poluição natural, industrial, urbana e agropastoril.

A contaminação pode ser considerada uma poluição, conceitualmente a contaminação seria uma poluição com componentes conhecidos e específicos. Pode-se então citar o petróleo, pois um derramamento é considerado uma contaminação, apesar de se apresentar sempre como uma mistura complexa.

Acidentes com petróleo marcam profundamente, pois o impacto visual gera comoção e preocupação. O naufrágio do tanque Torrey Canyon no English Channel na década de 60, assim como outros acidentes datados do mesmo período



focalizaram o problema da poluição ambiental e a partir disto estudos mais aprofundados na área de derrames petrolíferos se tornaram mais freqüentes (ROSATO, 1997).

Compostos derivados do petróleo podem causar graves problemas. Os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HAPs), por exemplo, são compostos mutagênicos e carcinogênicos aos animais (JACQUES et al, 2007).

Os HAPs são lipossolúveis e por isso assimiláveis pela membrana celular, esse fato facilita a absorção desses compostos no organismo dos humanos via inalação, exposição oral e dérmica, acumulando-se no tecido adiposo (NETTO et al., 2000 *apud* JACQUES et al, 2007).

Apesar de acidentes serem comuns, medidas mitigadoras promovem uma minimização dos impactos causados, com a criação de leis mais rigorosas, novas tecnologias e estudos mais aprofundados.

### **3.6 - Óleos Lubrificantes Automotivos**

Os óleos lubrificantes são de extrema importância, apresentando características próprias de acordo com sua composição. Existem óleos lubrificantes das mais variadas origens, mineral, sintético, semi-sintético, vegetal e animal.

O óleo mineral é obtido através da destilação e do refino do petróleo, que é uma mistura complexa formada por diversos compostos orgânicos e com um alto conteúdo energético (ROSATO, 1997). Sob condições geológicas o petróleo é considerado termodinamicamente estável (ROSATO, 1997).

O fato do óleo lubrificante mineral ser um derivado do petróleo, também pode ser definido como uma mistura de compostos orgânicos (MMA, 2006). Os óleos semi-sintéticos são formados por dois ou mais óleos básicos, apresentando maior estabilidade térmica e à oxidação, melhor propriedade a baixas temperaturas e menor volatilidade (MMA, 2006). Os óleos lubrificantes sintéticos são produzidos por reações químicas, possuindo composição mais homogênea e conhecida, apresenta características própria para a função de lubrificação (MMA, 2006).

Os lubrificantes têm grande importância para um motor, possuindo a função de minimizar atritos entre as peças do motor, aumentando sua vida útil.

Os óleos lubrificantes mineral derivam de petróleo cru e são utilizados desde a lubrificação de rolamentos até a refrigeração de motores automobilísticos, sistemas hidráulicos e maquinário industrial (AMUND, 1996).

O óleo mineral ainda é muito utilizado em todos os países, apesar da grande vantagem do óleo sintético, pois sua composição pode ser controlada no processo de fabricação, podendo apresentar-se ausente de hidrocarbonetos aromáticos (WRIGHT, 1992).

A seguir a Tabela 1 mostra o consumo e produção de óleo no mundo de acordo com a Energy Information Administration (2008), apresentando os principais países.

**Tabela 1:** Consumo e Produção de Óleo Mundial

PAÍSES	MILHÕES DE BARRIS POR DIA	
	PRODUÇÃO DE ÓLEO	CONSUMO DE ÓLEO
Arábia Saudita	10,8	2,3
Rússia	9,8	2,9
Estados Unidos	8,5	19,5
Iran	4,2	1,8
China	4	7,8
Canadá	3,4	2,3
México	3,2	2,1
Emirados Árabes Unidos	3	< 1,0
Kuwait	2,7	< 1,0
Venezuela	2,6	< 1,0
Noruega	2,5	< 1,0
Brasil	2,4	2,5
Iraq	2,4	< 1,0
Argélia	2,2	< 1,0
Nigéria	2,2	< 1,0
Angola	2	< 1,0
Líbia	1,9	< 1,0
Reino Unido	1,6	1,7
Casaquistão	1,4	< 1,0
Qatar	1,2	< 1,0
Indonésia	1,1	1,2
Japão	< 1,0	4,8
Índia	< 1,0	2,9
Alemanha	< 1,0	2,6
Coréia do Sul	< 1,0	2,2
França	< 1,0	2
Itália	< 1,0	1,6
Espanha	< 1,0	1,6

Os estudos de óleos lubrificantes são constantemente realizados a fim de obter novos fluidos que possam apresentar melhores qualidades tanto com relação à durabilidade quanto ao seu impacto caso ocorra alguma contaminação.

### 3.7 - Óleos Vegetais

A inegável versatilidade dos mais variados óleos vegetais o tornam um importante produto, apresentando as mais variadas funções, desde uma simples fritura de cozinha até a utilização em reações químicas a fim de produzir combustíveis. Pode ser empregado em cosméticos, fármacos, pinturas etc.

Uma definição simples que mostra a diferença entre óleos e gorduras está ligado a sua estrutura química, onde os óleos têm mais ligações duplas e as gorduras com ligações simples. De modo geral os óleos em temperatura ambiente se encontram na forma líquida enquanto que as gorduras tendem a ser sólidas.

Existem dezenas de tipos de óleos, sendo os mais comuns os utilizados em nossa culinária, os óleos de soja, milho, girassol, canola, gergelin, dendê e oliva.

O óleo de soja é o mais abundante e comum óleo no Brasil, o seu processamento é tipicamente adotado para a maioria dos óleos vegetais. O óleo cru é misturado com soda cáustica a fim de eliminar gorduras. Ocorre uma centrifugação para eliminar o estoque de sabão residual gerado pela saponificação. O óleo restante é desodorizado e aquecido a vácuo. O que foi condensado é utilizado para a produção de vitamina E, enquanto que o óleo já pode ser direcionado aos consumidores (MONTAGNOLLI, 2008).

Os óleos apresentam baixo ponto de fusão, fazendo com que a gordura tenha maior aplicabilidade na formulação de produtos. Para aumentar a utilização dos óleos processos químicos podem ser realizados, como a hidrogenação ou processos físicos como o fracionamento (PETRAUSKAITE et al., 1999 *apud* SILVA e GIOIELLI, 2006).

Os óleos vegetais são materiais sujeitos a biodegradação e a oxidação, por isso existe a adição de conservantes e antioxidantes em sua fabricação, aumentando sua vida útil.

### 3.8 - Biodiesel

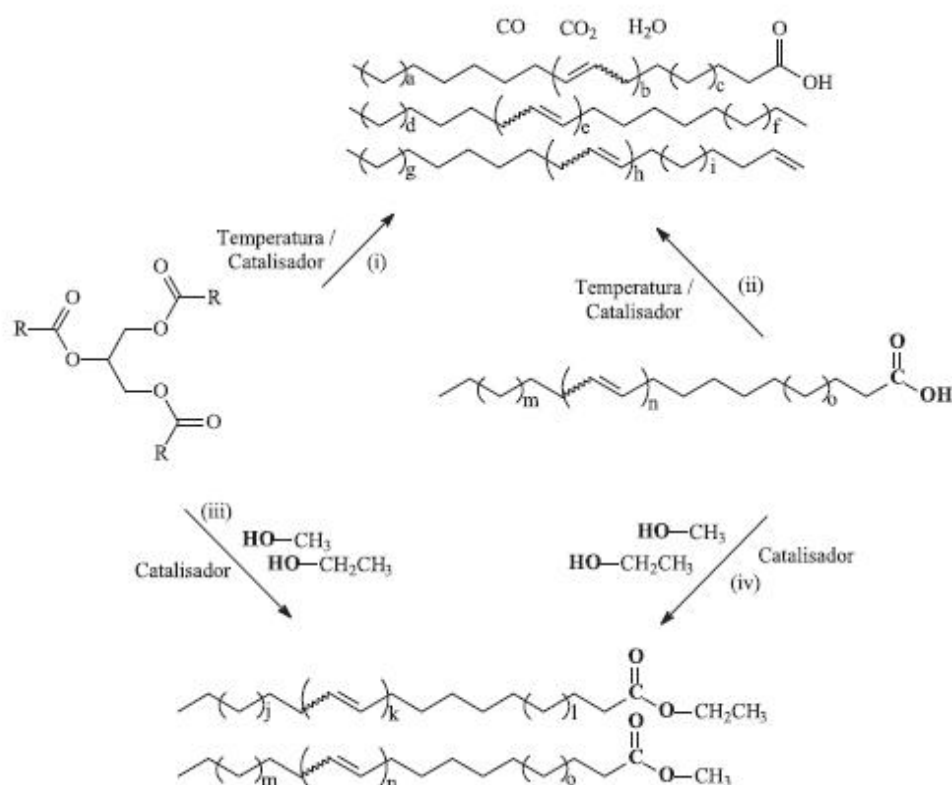
A subsidiária responsável pelos projetos de produção e gestão de biodiesel e etanol no Brasil é a Petrobrás Biocombustíveis, criada em 29 de julho de 2008.

Fontes alternativas ao petróleo não é um estudo atual. Nos anos de crise do petróleo (1973 e 1974), novas fontes estavam em estudo, e em 1979, o Brasil começou a produção de álcool combustível em larga escala. Nesta década o Brasil também produziu o Biodiesel, como uma fonte alternativa de combustível. Porém, meados do final da década de 1980 o biodiesel perdeu um pouco do seu “brilho”, pois o petróleo tem a queda do preço e volta a ser o combustível padrão.

Atualmente o biodiesel vem crescendo como uma “nova” forma de combustível ecologicamente correto, apesar do seu conhecimento e potencial há bastante tempo conhecido. O Brasil está entre os maiores produtores de biodiesel do mundo com capacidade de 3,7 bilhões de litros/ ano, desde janeiro de 2009 (ANP, 2009).

O biodiesel comercial utilizado em todo o Brasil é uma mistura de diesel e biodiesel (B100). O biodiesel puro é formado a partir de óleos vegetais ou gordura animal. A sua produção pode utilizar uma série de espécies vegetais, tais como a soja, dendê, girassol, babaçu, amendoim, mamona e pinhão-mansão. O biodiesel puro (B100) deve atender a especificações determinada pela Resolução ANP nº07/2008, que consta no ANEXO D (ANP, 2009).

Diversas transformações do óleo, gorduras ou ácidos graxos podem ser usadas como biocombustível (SUAREZ e MENEGHETTI, 2007). A Figura 2 abaixo mostra vários processos que podem ser utilizados.



**Figura 2:** Combustíveis líquidos a partir de ácidos graxos e triglicerídeos pelas reações de: (i) craqueamento de óleos ou gordura; (ii) craqueamento de ácidos graxos; (iii) transesterificação de óleos ou gordura e (iv) esterificação de ácidos graxos. Equações não balanceadas (SUAREZ e MENEGHETTI, 2007).

Apesar de existir várias formas de obtenção do biodiesel, a transesterificação é a mais apropriada, pois as características do diesel são mais semelhantes fisicamente dos ácidos graxos e ésteres (MA e HANNA, 1999, e SCHUCHARDT et al., 1998 *apud* GERIS et al., 2007).

O biodiesel ainda está sujeito a degradação por foto-oxidação, o que envolve adição de oxigênio aos ácidos graxos insaturados. O oxigênio adicionado (oxigênio singleto:  $^1\text{O}_2$ ) reage com as duplas ligações no óleo, produzindo hidroperóxidos conjugados e não conjugados (FERRARI e SOUZA, 2009). A oxidação desse biocombustível pelo contato com o ar se tornou uma preocupação recente, pois com o tempo o biodiesel perde suas qualidades (STAVINOHA E HOWELL, 1999 *apud* FERRARI e SOUZA, 2009). Tentativas estão sendo realizadas para aumentar a resistência do biodiesel às oxidações. Sabe-se que atualmente alguns fatores afetam a autoxidação de derivados de gordura, tais como a presença de ar,

variações de temperatura e luz, presença de antioxidantes, pró-oxidantes e metais catalíticos (KNOTHE E DUNN, 2001 *apud* FERRARI e SOUZA, 2009).

## **4 - MATERIAL E MÉTODOS**

### **4.1 - Material**

#### **4.1.1 - Solo**

O solo utilizado nos bioensaios de toxicidade foi do tipo arenoso (areia média de construção) obtido no campus da Unesp na cidade de Rio Claro/SP.

#### **4.1.2 - Óleos Lubrificantes e Vegetais e Biodiesel**

Neste projeto foi avaliado a toxicidade dos seguintes tipos de contaminantes:

Os óleos e o biodiesel a seguir são os tipos utilizados nos experimentos, não havendo nenhum tipo de mistura entre eles:

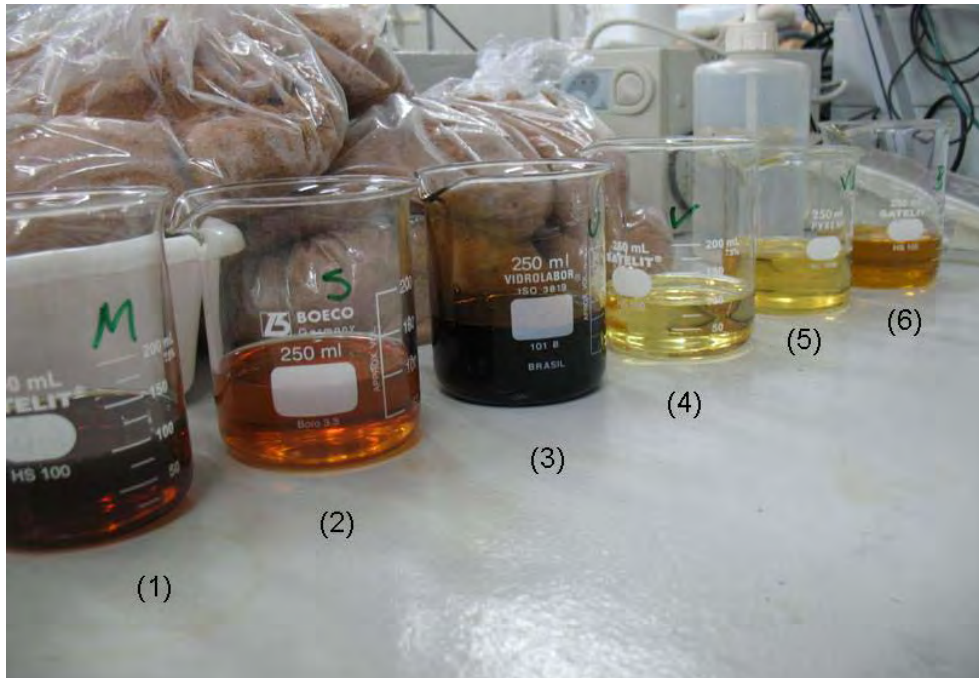
- Óleo Lubrificante Mineral: Havoline Superior SJ, SAE 25W-50, Texaco;
- Óleo Lubrificante Sintético: Lubrax, SW-40;
- Óleo Lubrificante Usado: óleo de motor usado coletado em locais de troca (local especializado), não apresentando marca ou tipo de óleo;
- Óleo Vegetal: óleo de soja Lisa;
- Óleo Vegetal usado: óleo de soja Lisa usado;
- Biodiesel: biodiesel (Éster Metílico) novo (B100), Caramuru (GO).

As Figura 3 e 4 ilustram os contaminantes citados.





**Figura 3:** Óleo Lubrificante Mineral (1), Óleo Lubrificante Sintético (2), Óleo Lubrificante Usado (3), Óleo Vegetal novo (4), Óleo Vegetal Usado (5), Biodiesel (6).



**Figura 4:** Óleo Lubrificante Mineral (1), Óleo Lubrificante Sintético (2), Óleo Lubrificante Usado (3), Óleo Vegetal novo (4), Óleo Vegetal Usado (5), Biodiesel (6).

### 4.1.3 - Microorganismos

Os microorganismos potencialmente biodegradadores foram obtidos do próprio solo em que os inóculos foram enterrados. A seleção dos microorganismos foi feita através de uma seleção natural “forçada” pelos inóculos.

Os inóculos foram enterrados no canteiro do Jardim Experimental, localizado próximo ao Instituto de Biociências da UNESP de Rio Claro, mostrado na Figura 5 a seguir.



**Figura 5:** Canteiro do Jardim Experimental, UNESP – Rio Claro.

### 4.1.4 - Equipamentos

Os equipamentos utilizados foram disponibilizados pelo departamento de Bioquímica e Microbiologia da Universidade Estadual Paulista, campus de Rio Claro (UNESP- Rio Claro). Assim como toda a estrutura para a realização dos experimentos. A seguir os materiais utilizados:

- Agitador magnético;
- Balança analítica Chyo modelo JK200;
- Balança semi-analítica Gehaka modelo BG440;
- Câmara de Germinação tipo B.O.D. da Marconi modelo MA403;
- Pipetas;
- Sacos plásticos;
- Béqueres;
- Bastão de vidro;
- Peneiras de 1, 0,59 e 0,35mm.

#### **4.1.5 - Organismos teste**

Para os testes de toxicidade foram utilizados 3 organismos teste. Sementes de *Eruca sativa* (rúcula), sementes de *Lactuca sativa* (alface) e *Eisenia andrei* (minhoca).

## **4.2 - Métodos**

### **4.2.1 - Realização do trabalho**

O trabalho realizado teve necessidade da realização de um piloto, ou seja, um experimento inicial a fim de obter as referências necessárias no que diz respeito à concentração que iria ser utilizada.

A concentração base escolhida deveria ser única para posterior comparação entre os tipos de óleo e nos mais variados tempos de biodegradação.

A concentração base deve apresentar respostas nos três testes de toxicidade, de preferência apresentando toxicidade mediana, sendo o mais importante observar a variação conforme o tempo de biodegradação.

O trabalho realizado avalia a eficiência dos microorganismos em metabolizar os contaminantes aqui utilizados, medindo de forma indireta a biodegradação através de testes de toxicidade.

#### **4.2.2 - Coleta do Solo**

O solo dos inóculos foram coletados conforme a Norma Técnica L6.245 – “Solos – coleta e preparação de amostra – Procedimentos” (CETESB, 1984) e posteriormente levado para o Departamento de Bioquímica e Microbiologia da UNESP de Rio Claro.

#### **4.2.3 - Preparo do Inóculo**

O inóculo foi preparado realizando uma mistura de óleo ou biodiesel, surfactante (Tween 80), água destilada e o solo, nas seguintes proporções: 7,5 mL de contaminante, 0,15 g de surfactante, 6,25 mL de água destilada e 100 g de solo teste.

Para cada tipo de contaminante foi feito o mesmo procedimento a seguir: Foram coletados 4.800 g de areia média e misturado com 360 mL de contaminante, 300 mL de água destilada e 7,2 g de surfactante (Tween 80). Após a homogeneização foi dividido em 4 partes iguais. A Tabela 2 abaixo ilustra as devidas proporções.

A relação contaminante/solo foi previamente escolhida com base nos experimentos piloto.

**TABELA 2:** preparação de inóculos: proporções

Contaminante	Volume de Contaminante (mL)	Solo (g)	Tween 80 (g)
Lubrificante Mineral	360	4800	7,2
Lubrificante Sintético	360	4800	7,2
Lubrificante Usado	360	4800	7,2
Vegetal novo	360	4800	7,2
Vegetal Usado	360	4800	7,2
Biodiesel	360	4800	7,2

Uma das partes foi realizada o experimento inicial (T=0) e as outras três partes representam os demais tempo de biodegradação (T=60, T=120 e T=180 dias de biodegradação). Para que ocorra a biodegradação em ambiente terrestre foi necessário enterrar os inóculos, como mostra a Figura 6.



**Figura 6:** Inóculos que foram enterrados para posterior avaliação de toxicidade nos demais tempos de biodegradação (60, 120 e 180 dias).



Os sacos dos inóculos foram furados com um alfinete a fim do material ter contato com o solo e ao mesmo tempo não perder de material e nem contaminar o solo do canteiro, os sacos foram enterrados a uma profundidade de 15 cm.

#### **4.2.4 - Teste de Toxicidade aguda utilizando sementes de *Eruca sativa* (rúcula) e *Lactuca sativa* (alface)**

Este teste constitui um recurso prático, de baixo custo, e de sensibilidade razoável na indicação qualitativa da presença de substâncias tóxicas ou inibidores biológicos (INAZAKI, 2001).

Os testes foram baseados nos bioensaios descritos por NAVARRETE (2006), com adaptações. Para cada amostra de solo foram utilizados 3 copos plásticos de café (copo de 50 mL) contendo 50 g do solo (Figuras 7 e 8). Semeou-se 10 sementes de rúcula em cada copo, adicionou-se 2 mL de água deionizada cobrindo o solo com um filme de PVC. O Experimento foi mantido por 72 h em BOD a 22°C e posteriormente observado a germinação. Montou-se um controle negativo contendo apenas o solo sem qualquer tipo de óleo para testar a viabilidade das sementes utilizada simultaneamente ao teste da toxicidade. Aplicou-se o teste nas fases inicial, intermediária e final do experimento a fim de verificar se a toxicidade do meio diminui com o tratamento ao longo do tempo.

O mesmo procedimento foi utilizado para as sementes de alface, com variação no tempo de incubação. O experimento foi mantido por 120 h em BOD a 22 °C. Montando-se também um controle negativo contendo apenas o solo sem qualquer tipo de óleo para testar a viabilidade das sementes utilizadas simultaneamente ao teste de toxicidade. A Figura 9 mostra sementes de *L. sativa* já germinada.

No bioensaio utilizando sementes de *L. sativa* os dados foram corrigidos por uma fórmula utilizada para verificar a eficiência de um inseticida, neste caso estamos testando a “eficiência” do contaminante em inibir a germinação das sementes.

A fórmula de Abbott dá a porcentagem dessa eficiência, %E (NAKANO, 1981). A seguir a fórmula adaptada.

$$\%I = \frac{C - T}{C} \times 100$$

%I: porcentagem de inibição

C: n° de sementes germinadas no controle

T: n° de sementes germinadas no tratamento

As avaliações toxicológicas desse bioensaio consideram o agente: tóxico (acima de 40% de inibição da germinação), início de toxidez, inibição de germinação de 10% a 40%, e não tóxico, inibição até 10% (BOHRER *apud* BARBOSA, 2000).



**Figura 7:** Bioensaio com sementes de *E. sativa*.



**Figura 8:** Bioensaio com sementes de *E. sativa*, teste de germinação.



**Figura 9:** Bioensaio utilizando sementes de *L. sativa*.



#### 4.2.5 - Teste de Toxicidade aguda utilizando *Eisenia andrei*

A avaliação da toxicidade com *E. andrei* procedeu-se com base no método disposto pela Secretaria Especial de Meio Ambiente - “Avaliação da toxicidade para organismos do solo: minhoca *Eisenia foetida*” descrito no manual de testes para avaliação da ecotoxicidade de agentes químicos (BRASIL, 1988), mediante adaptações.

As adaptações foram feitas com relação ao substrato base e tempo de incubação. Foi utilizado solo arenoso e incubado por 162 h, ao invés de sílica amorfa e 324 h de incubação, respectivamente.

Abaixo a Figura 10 mostra a realização do experimento com *E. andrei*.



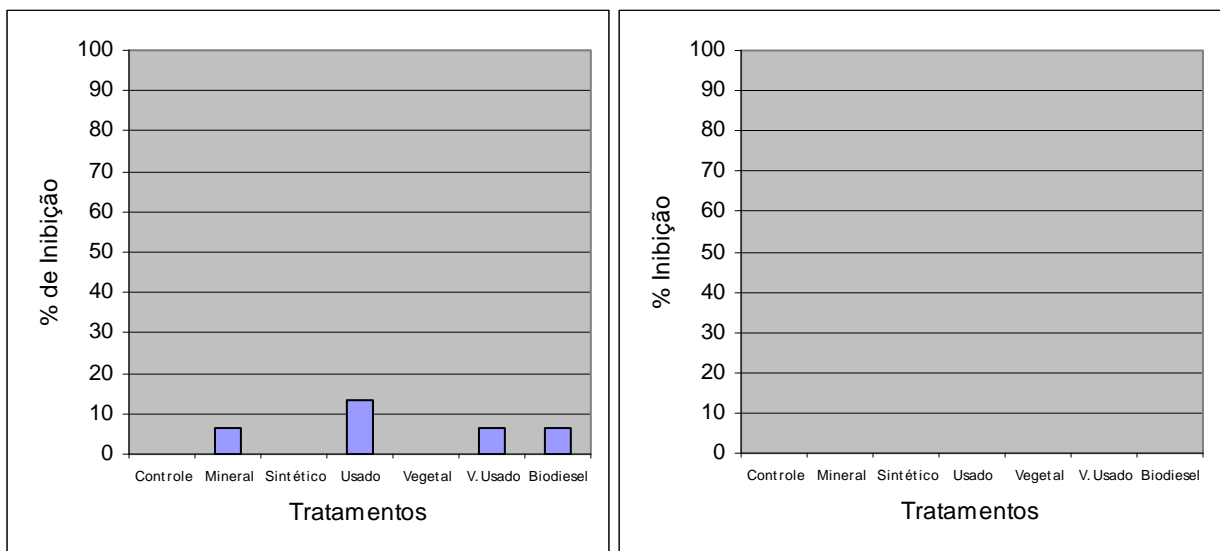
**Figura 10:** Bioensaio com *E. andrei*, pesagem de minhocas.

## 5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Experimentos Piloto: Escolha da Concentração

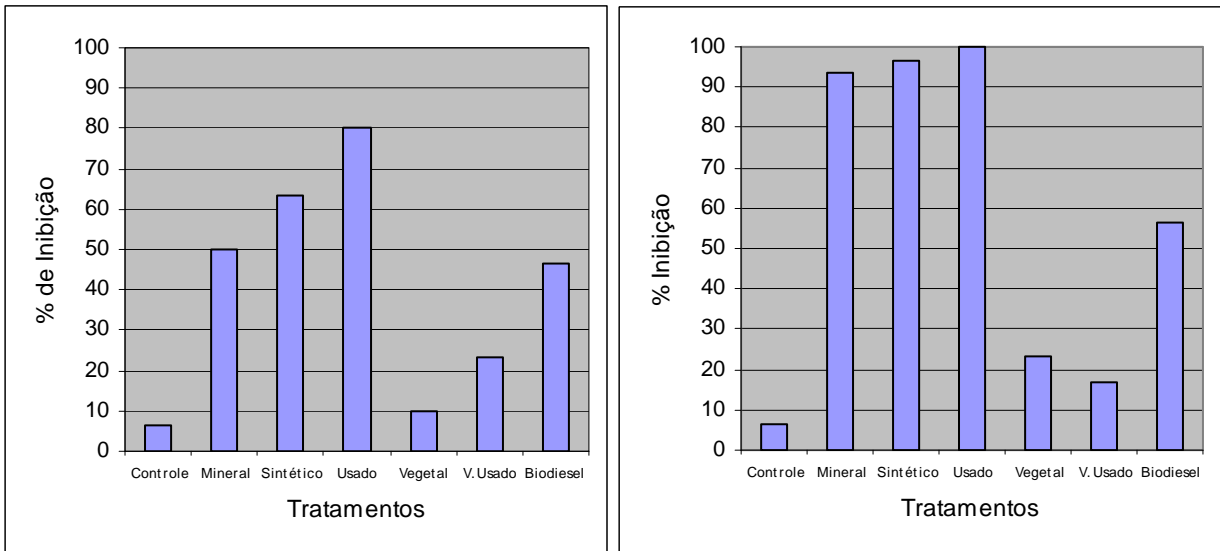
O experimento piloto foi realizado testando 4 diferentes concentrações de contaminantes (0,5; 1,0; 5,0 e 10,0 mL para cada 100 g de solo).

A Figura 11 mostra a baixa inibição das sementes de *E. sativa*, demonstrando a baixa toxicidade nas duas primeiras concentrações (0,5 e 1,0 mL/100 g). Após esse experimento uma segunda tentativa se fazia necessário. As concentrações foram multiplicadas por 10 a fim de observar alguma resposta, as concentrações de 5,0 e 10,0 mL/100 g estão apresentadas na Figuras 12.



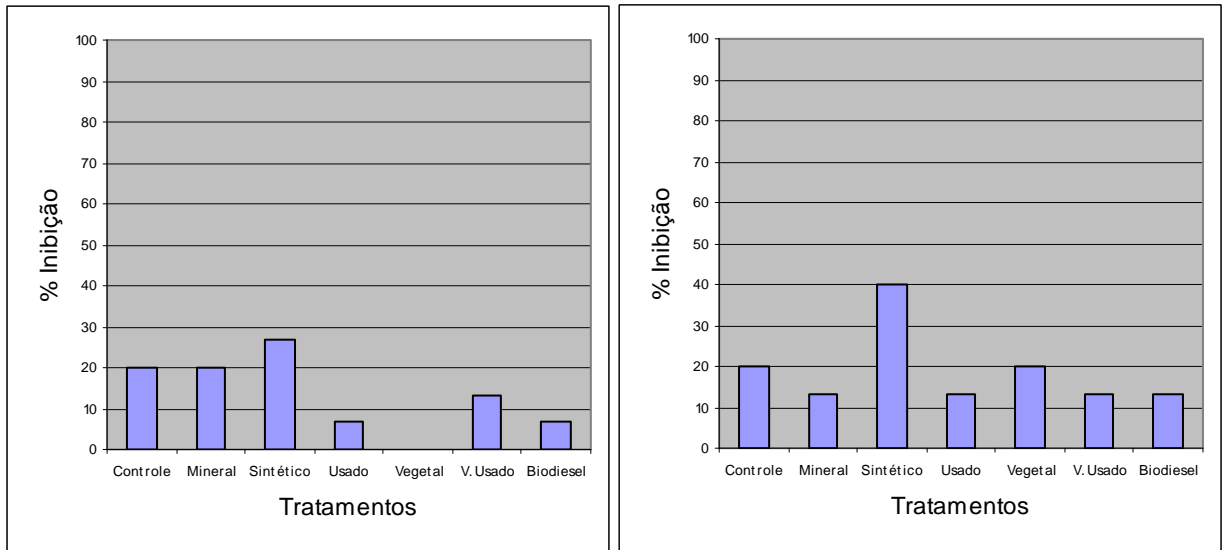
**Figura 11:** Inibição da Germinação de Sementes de *Eruca sativa* com concentração de 0,5 (à esquerda) e 1,0 mL/100 g.

Observando a Figura 12 abaixo pode se perceber um aumento na inibição da germinação das sementes decorrente do aumento das concentrações dos contaminantes.



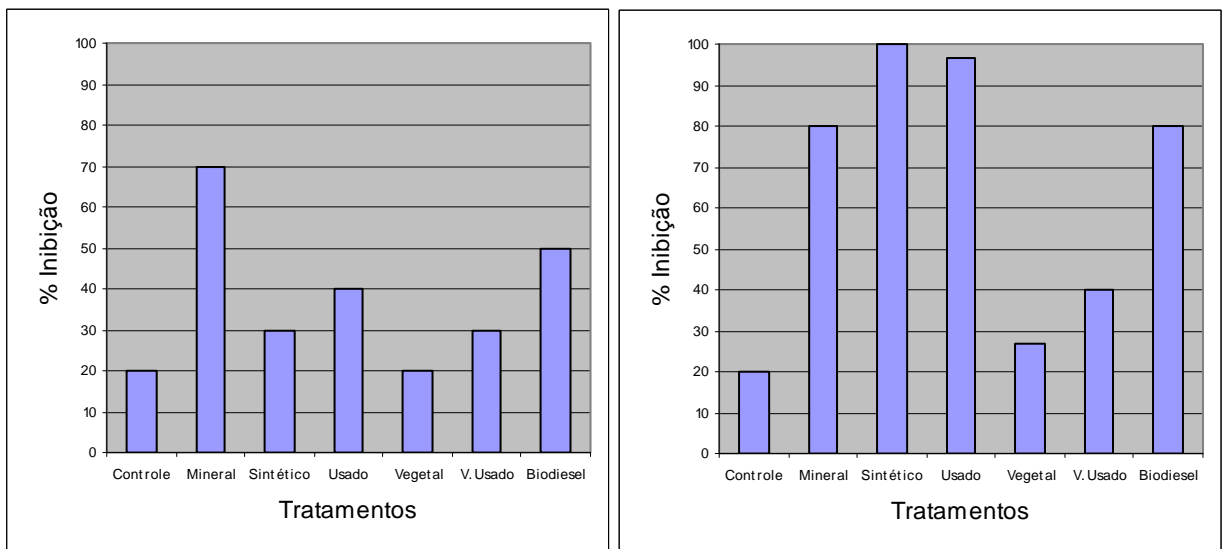
**Figura 12:** Inibição da Germinação de Sementes de *E. sativa* com concentração de 5,0 (à esquerda) e 10,0 mL/100 g.

Os bioensaios utilizando sementes de *L. sativa* também apresentaram resultados semelhantes, com algumas variações decorrentes tanto das variadas concentrações quanto em relação à taxa de germinação das sementes utilizadas. Os resultados estão na forma de Figuras (13 e 14) a seguir:



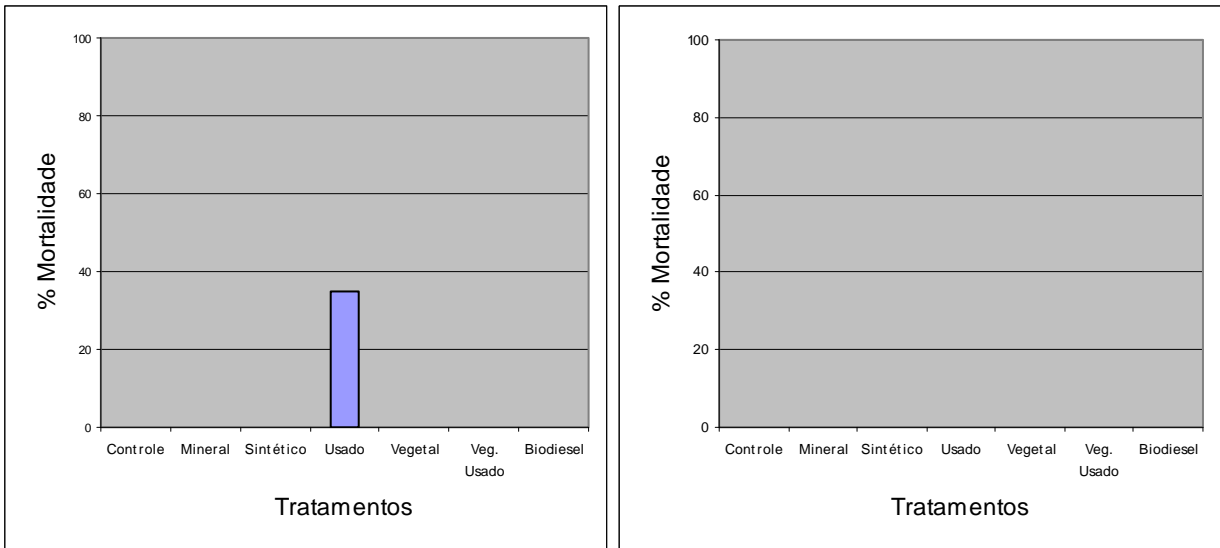
**Figura 13:** Inibição da Germinação de Sementes de *L. sativa* com concentração de 0,5 mL/100 g (à esquerda) e 10 mL/100 g.

Para as concentrações 0,5 e 1,0 mL/100 g, no caso da *L. sativa*, não apresentou diferença aparente. Na figura 14 abaixo os dados obtidos com o aumento de concentração.



**Figura 14:** Inibição da Germinação de Sementes de *L. sativa* com concentração de 5,0 mL/100 g (à esquerda) e 10,0 mL/100 g.

Observando os resultados apresentados nas Figuras 13 e 14 pôde se notar um aumento significativo de toxicidade. Frente às mesmas concentrações das avaliações anteriores as Figuras 15 e 16 a seguir mostram os bioensaios utilizando minhoca (*E. andrei*).

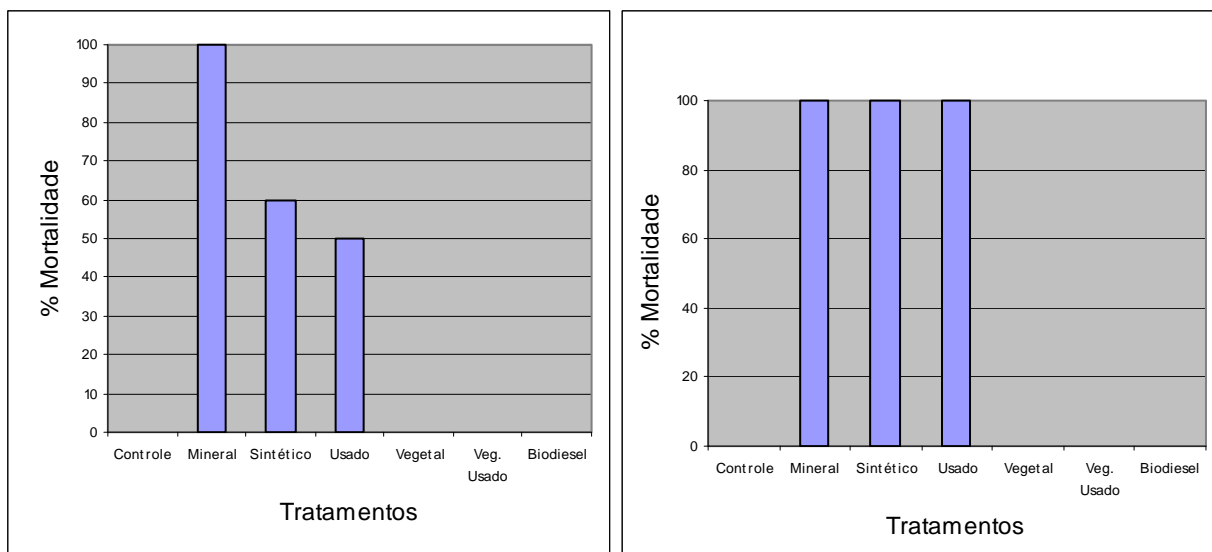


**Figura 15:** Mortalidade de *E. andrei* com concentração 0,5 mL/100 g (à esquerda) e 1,0 mL/100 g.

Somente apresentou diferenças quanto à mortalidade nas concentrações de 5,0 e 10 mL/100 g. Mesmo aumentando a concentração dos contaminantes, os óleos vegetais e o biodiesel não apresentaram nenhuma toxicidade.

No caso da concentração de 10,0 mL/100 g os óleos lubrificante apresentaram mortalidade de 100% dos organismos teste. Por apresentar toxicidade muito elevada uma concentração mediana se fazia necessário para as avaliações posteriores.

A seguir a Figuras 16 ilustra os resultados nas duas concentrações maiores.



**Figura 16:** Mortalidade de *E. andrei* com concentração 5,0 mL/100 g (à esquerda) e 10,0 mL/100 g.

O experimento piloto realizado apresentou resultados interessantes e bastante analíticas. A concentração de 10 mL de contaminante para cada 100 g de solo apresentou-se muito tóxica, com a exceção dos óleos vegetais, então uma concentração intermediária deveria ser escolhida.

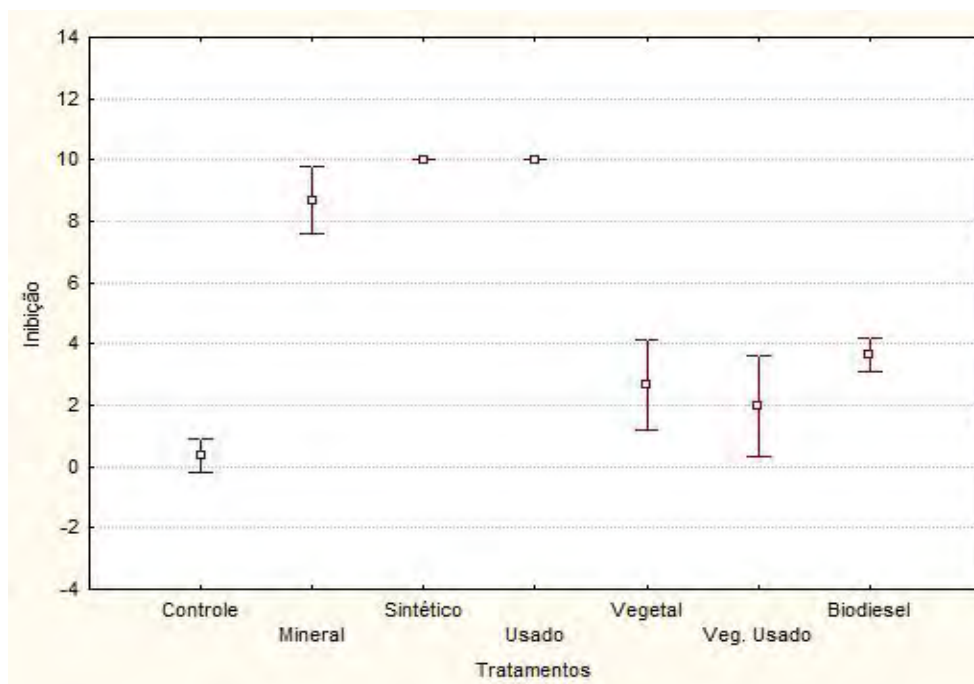
A concentração de 7,5 mL/100 g foi escolhida por ser próxima a CL50 em alguns casos (óleo lubrificante mineral, sintético e usado) e apresentar resposta para os demais. Este experimento piloto se fazia necessário, pois uma concentração única deveria ser obtida para posterior análise entre os tratamentos e tempos de biodegradação. Após o experimento piloto o trabalho propriamente dito foi realizado.

## 5.2 - Experimentos no Tempo T=0

O experimento T=0 é o único dos 4 tempos que mostra realmente o efeito do contaminante aplicado. Nos demais tempos não se conhece ao certo que tipos de compostos secundários foram formados.

O bioensaio utilizando sementes de *E. sativa* respondeu o esperado, ou seja, mostrou-se semelhante ao experimento piloto. Com baixa inibição para o controle,

uma toxicidade alta para os óleos mineral, sintético e lubrificante usado, um início de toxicidade para o óleo vegetal, óleo vegetal usado e biodiesel, observado na Figura 17.

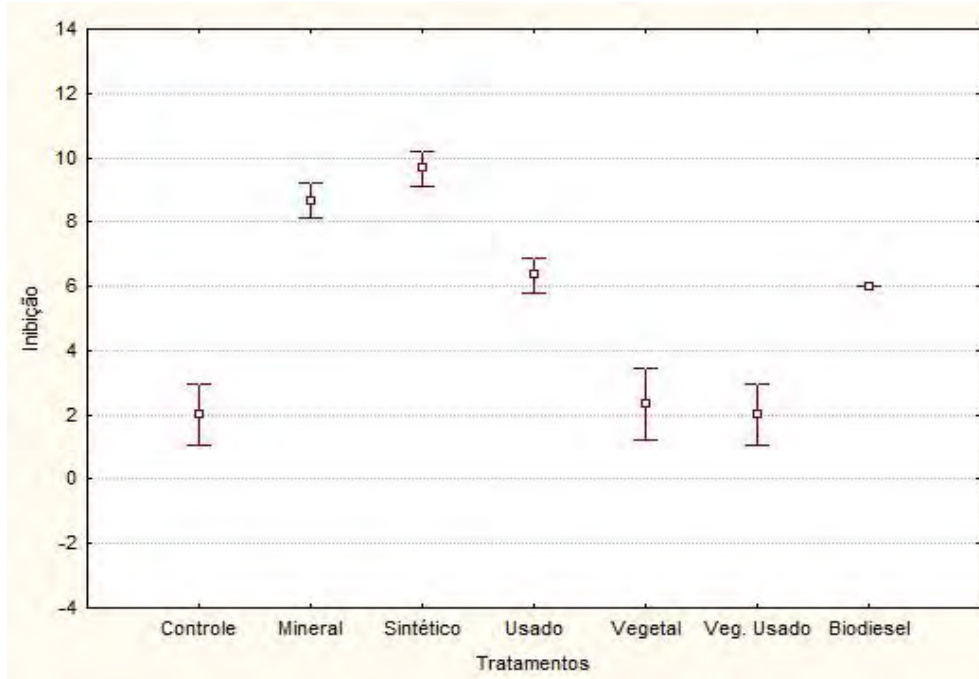


**Figura 17:** Inibição da Germinação de Sementes de *E. sativa* no tempo T=0.

No bioensaio utilizando sementes de *L. sativa* ocorreu um problema no que diz respeito à germinação. O próprio controle apresentou uma germinação de cerca de 80%, mostrando que as sementes utilizadas não apresentavam a taxa de germinação garantida na embalagem da mesma (92%).

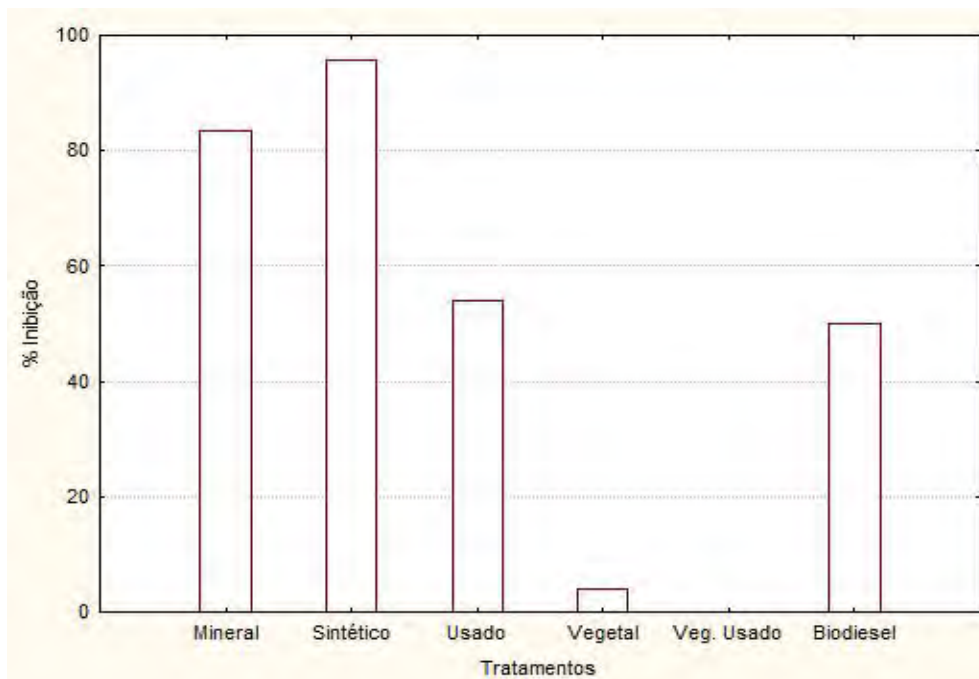
Para minimizar o erro, para todos os tempos, serão apresentadas figuras com os dados corrigidos. As Figuras 18 e 19 mostram, respectivamente, os dados obtidos e os corrigidos no tempo T=0. Somente no tempo T=0 será mostrado os dados não corrigidos somente para exemplificação.

De acordo com os dados obtidos pode se perceber uma toxicidade alta para o biodiesel e os óleos lubrificantes, ilustrado nas Figuras 18 e 19 abaixo.



**Figura 18:** Inibição da Germinação de Sementes de *L. sativa* no tempo T=0.

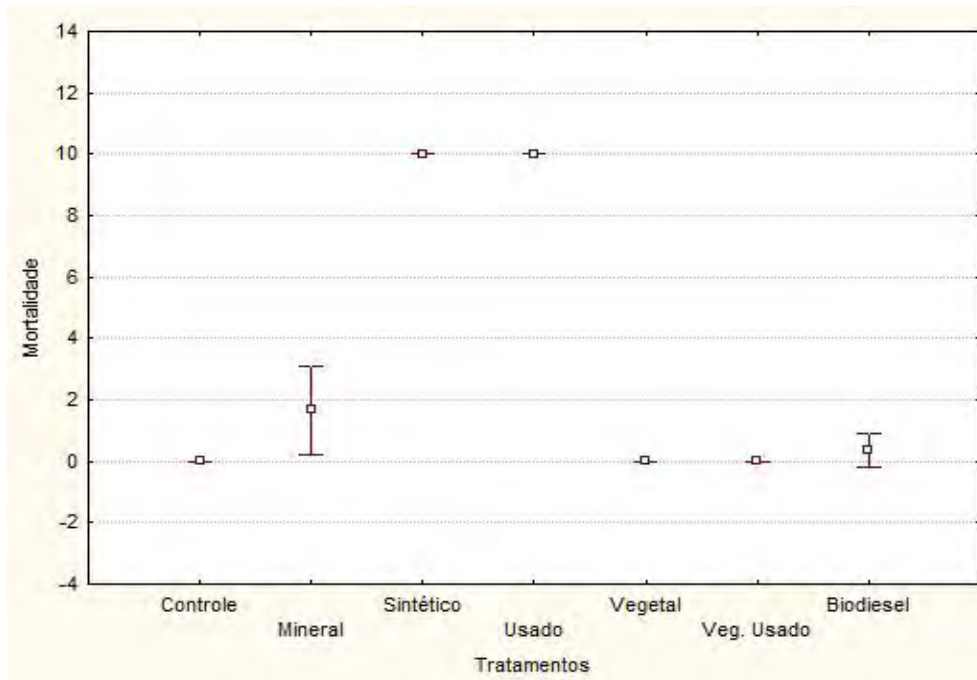
Na Figura 19 mostra a alteração no resultado após a utilização da fórmula de correção.



**Figura 19:** Porcentagem de Inibição na Germinação de Sementes de *L. sativa* no tempo T=0. Dados corrigidos.



No estudo com a *E. andrei* somente observou-se um início de toxicidade para o óleo mineral. Para os tratamentos com óleo lubrificante sintético e óleo lubrificante usado os dados mostraram que os óleos são tóxicos (mortalidade de 100% em ambos os casos). Os demais tratamentos não apresentaram toxicidade. A Figura 20 ilustra a avaliação com *E. andrei* no tempo T=0.



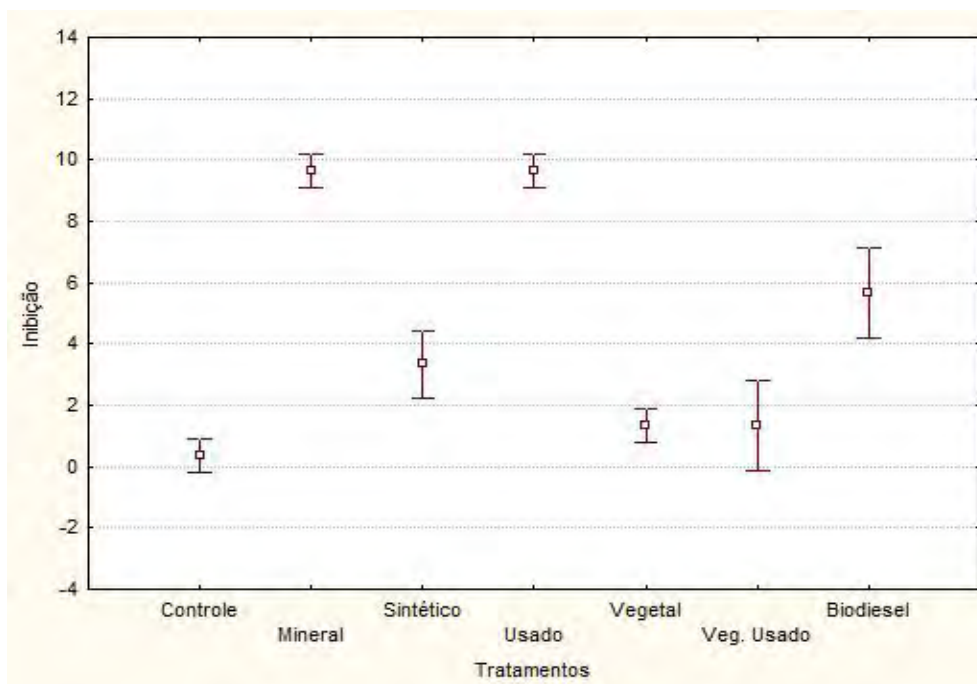
**Figura 20:** Mortalidade de *E. andrei* no tempo T=0.

### 5.3 - Experimentos no Tempo T=60

Os intervalos de tempo de biodegradação é período de seleção e adaptação dos microorganismos presente no solo devido ao material em biodegradação e subprodutos gerados. Estudos com respirômetro de Bartha mostram que já existe uma pré-seleção de microorganismos em um período de 15 a 30 dias, como mostra o trabalho de MONTAGNOLLI, 2008.

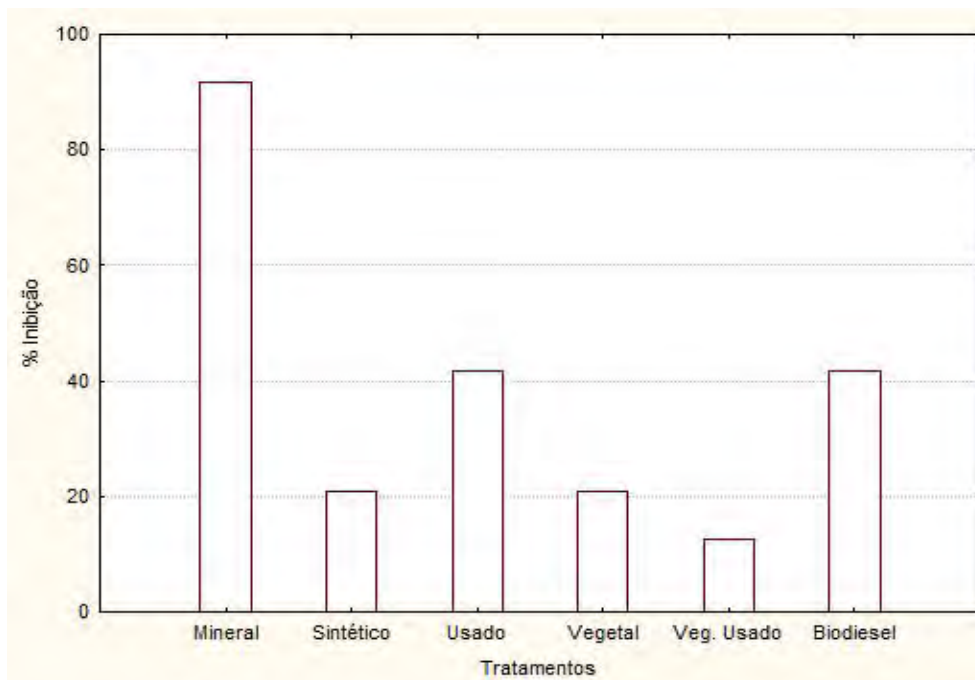
O fato de existir uma pré-adaptação não quer dizer que a partir daí não ocorra mudanças quanto à diversidade microbológica. Nos tempos da biodegradação ocorre a metabolização dos compostos variando assim a composição microbológica.

No bioensaio com sementes de *E. sativa* no tempo T=60 ocorreu uma variação de toxicidade. Destaca-se aqui a diminuição significativa de toxicidade para o óleo lubrificante sintético e um aumento na toxicidade para o Biodiesel. O controle permaneceu sem alteração; o óleo lubrificante mineral e o óleo lubrificante usado não apresentaram diferença; os óleos vegetais apresentaram uma pequena queda aparente na toxicidade. A Figura 21 mostra essa variação no tempo T=60.



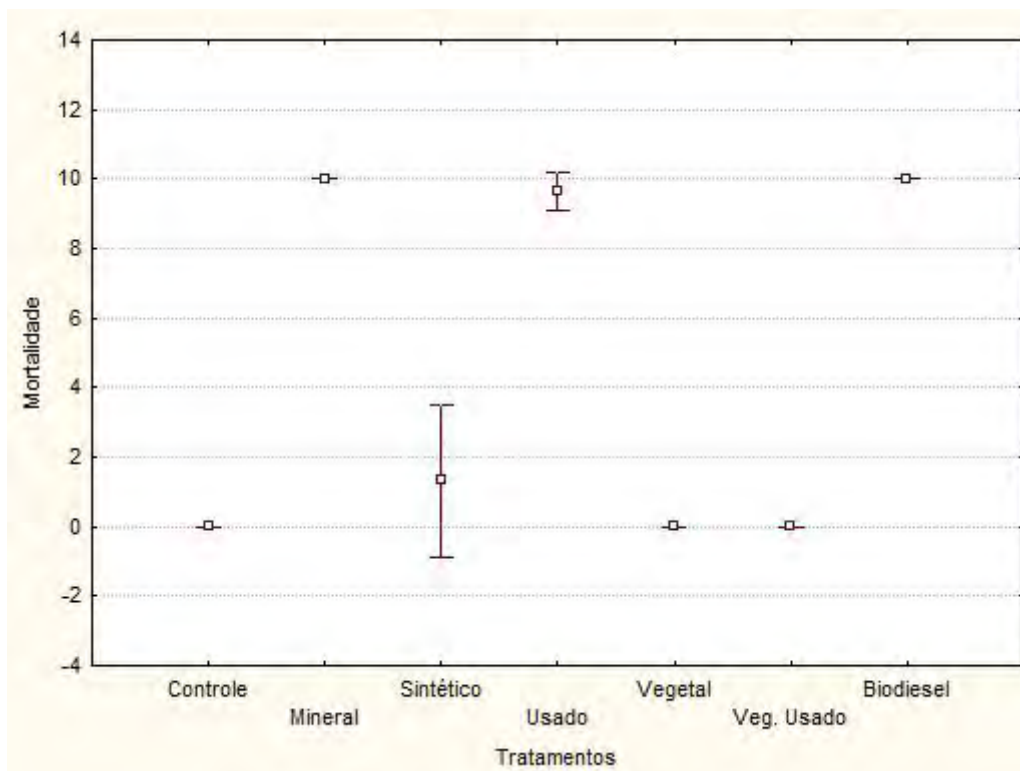
**Figura 21:** Inibição da Germinação de Sementes de *E. sativa* no tempo T=60.

O bioensaio utilizando sementes de *L. sativa* apresentou resultados semelhantes. Com destaque para o óleo lubrificante sintético, que apresentou grande queda na toxicidade. Na Figura 22 a seguir mostra os dados corrigidos.



**Figura 22:** Porcentagem de Inibição na Germinação de Sementes de *L. sativa* no tempo T=60. Dados corrigidos.

A avaliação utilizando a *E. andrei* apresentou diferenças, principalmente, no óleo lubrificante mineral, óleo lubrificante sintético e no biodiesel. O óleo mineral apresentou aumento significativo de toxicidade, o óleo sintético apresentou uma queda na toxicidade bastante significativa e o biodiesel apresentou-se muito tóxico ao final de 60 dias de biodegradação (Figura 23). Nos outros tratamentos não apresentaram diferenças.

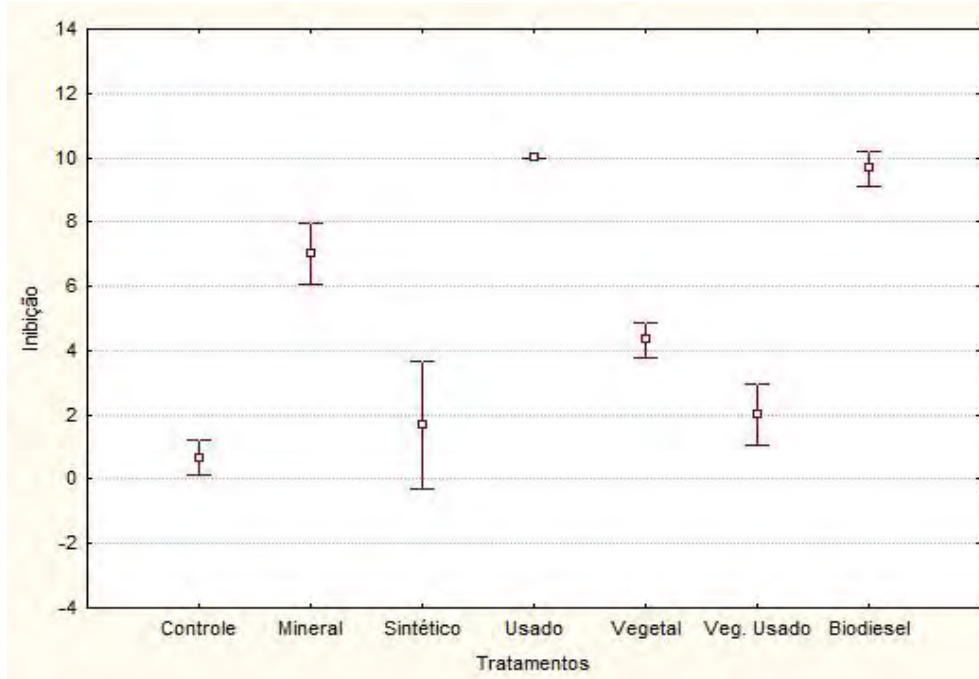


**Figura 23:** Mortalidade de *E. andrei* no tempo T=60.

#### 5.4 - Experimentos no Tempo T=120.

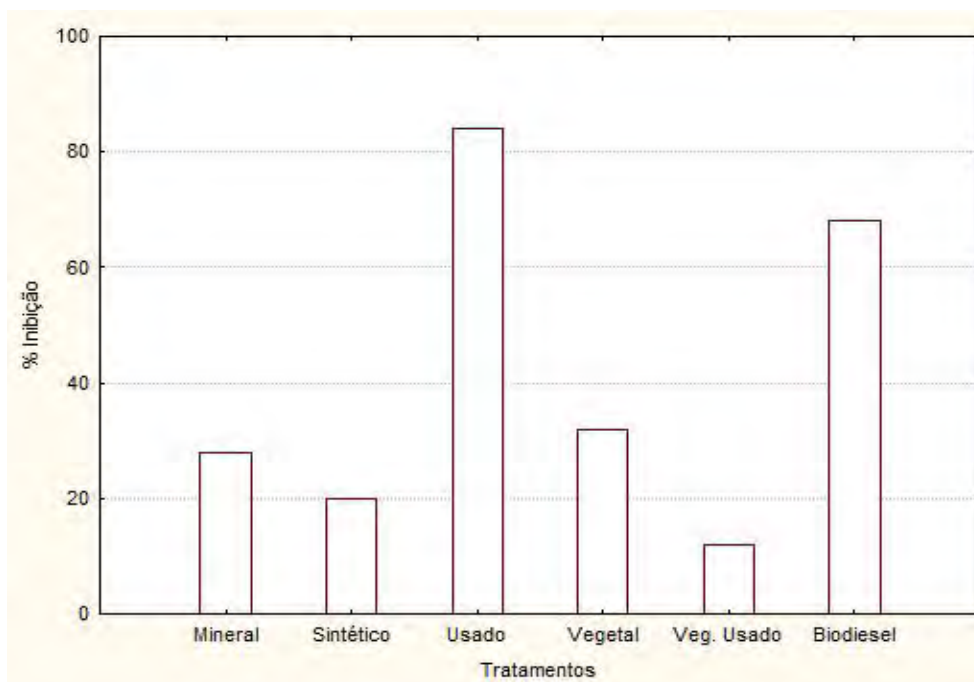
Após 120 dias de biodegradação a avaliação utilizando sementes de *E. sativa* apresentou diferenças para a maioria dos contaminantes.

O óleo mineral apresentou queda de toxicidade, mas ainda se manteve tóxico. O óleo sintético teve novamente uma queda na toxicidade. O óleo lubrificante usado ainda se apresenta tóxico, em nível bastante alto. O óleo vegetal aparece pela primeira vez como um contaminante tóxico (inibição acima de 40%). O óleo vegetal usado se apresenta no mesmo patamar de toxicidade, ou seja, apresenta apenas um início de toxicidade. O biodiesel apresentou-se muito tóxico, com inibição próxima de 100% (Figura 24).



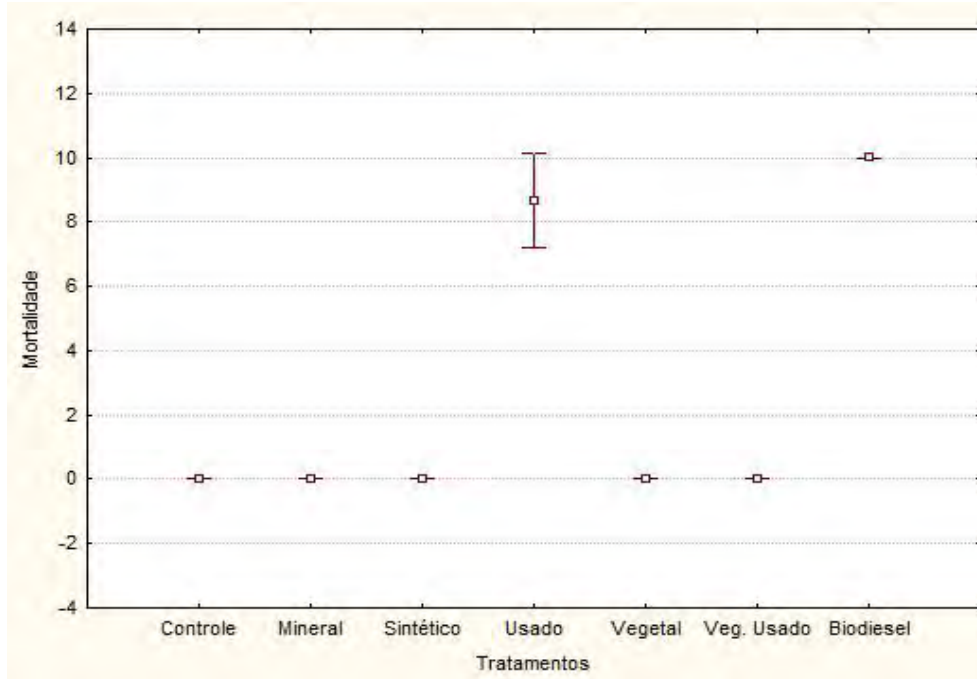
**Figura 24:** Inibição da Germinação de Sementes de *E. sativa* no tempo T=120.

Na avaliação com sementes de *L. sativa* no tempo T=120 o inóculo com óleo lubrificante mineral apresentou inibição bastante abaixo de 40%, mostrando a efetiva metabolização dos microorganismos; o óleo lubrificante sintético se manteve no patamar de início de toxicidade; o óleo lubrificante usado apresentou um aumento de toxicidade; o óleo vegetal se mostrou pouco tóxico (inibição abaixo de 40%), o óleo vegetal usado apresenta o mesmo nível de toxicidade e o biodiesel apresentou um aumento de toxicidade, mostrando-se mais tóxico (Figura 25).



**Figura 25:** Porcentagem de Inibição na Germinação de Sementes de *L. sativa* no tempo T=120. Dados corrigidos.

Na avaliação com *E. andrei* destaque para o óleo lubrificante mineral que apresenta mortalidade zero, assim como para o óleo lubrificante sintético. Para o óleo lubrificante usado não apresentou diferenças. Os óleos vegetais não apresentaram nenhuma toxicidade. Já para o biodiesel a toxicidade se manteve alto apresentando novamente mortalidade de 100%. As Figuras 23 e 26 ilustram a descrição acima.

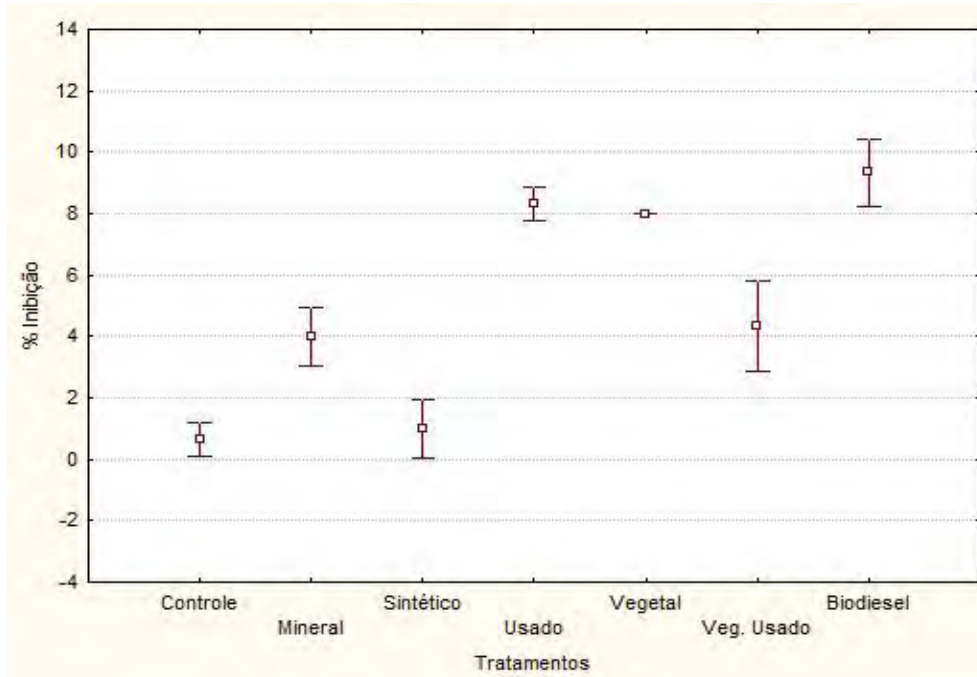


**Figura 26:** Mortalidade de *E. andrei* no tempo T=120.

### 5.5 - Experimentos no Tempo T=180

Na avaliação com *E. sativa* no tempo T=180 dias, destaque para os óleos mineral, vegetal e vegetal usado (Figura 27).

O óleo mineral apresentou-se pela primeira vez no intervalo de início de toxicidade (até 40% de inibição), mostrando uma diminuição na toxicidade do material. O óleo lubrificante sintético novamente apresentou diminuição de toxicidade, mostrando ser um contaminante bastante biodegradável. O óleo lubrificante usado não apresentou diferenças, apresentando ainda muito tóxico. Os óleos vegetais apresentaram-se tóxicos neste momento, com o óleo vegetal sendo o mais tóxico na comparação entre os dois óleos vegetais. O biodiesel não apresentou mudanças, apresentando-se novamente tóxico (Figuras 24 e 27).

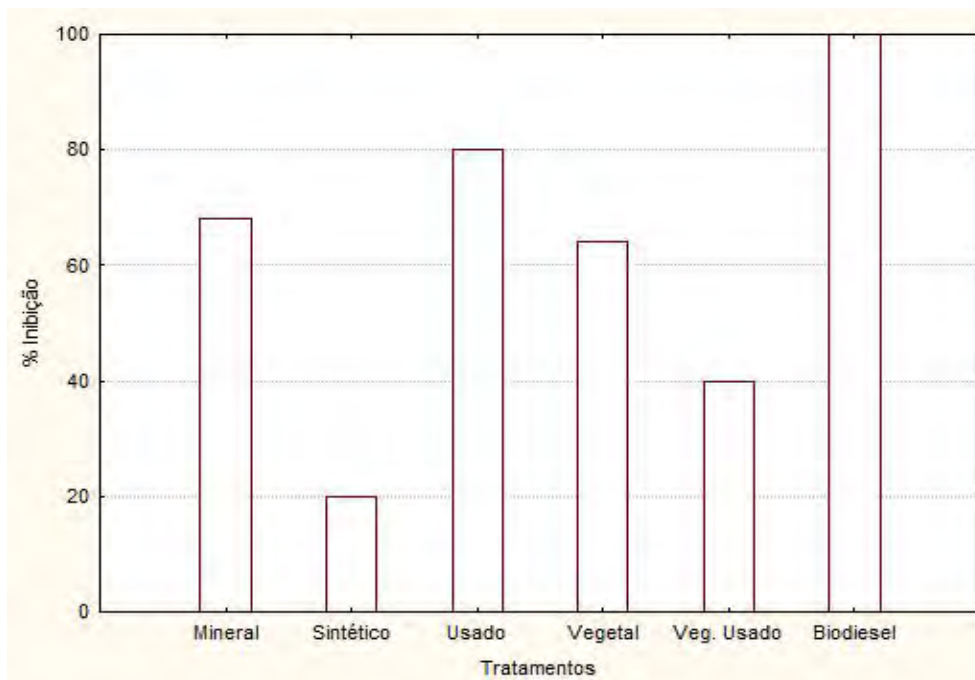


**Figura 27:** Inibição da Germinação de Sementes de *E. sativa* no tempo T=180.

A avaliação com *L. sativa* no tempo T=180 tem como destaques o óleo lubrificante mineral, vegetais e o biodiesel (Figura 28).

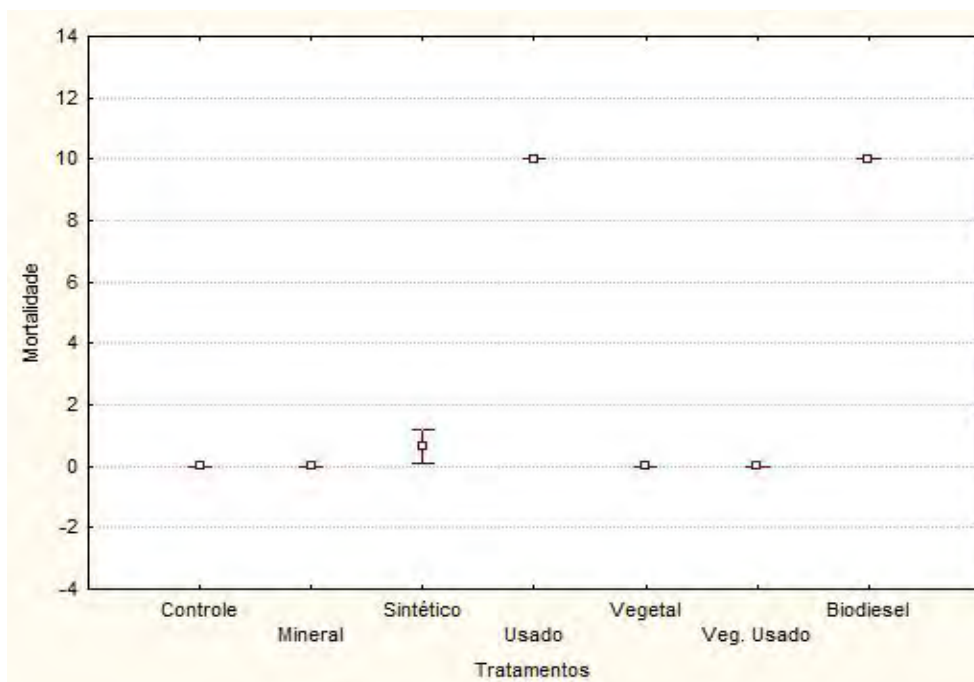
O óleo lubrificante mineral apresentou-se novamente tóxico. O óleo lubrificante sintético apresentou-se no mesmo patamar de toxicidade. O óleo lubrificante usado apresentou-se no mesmo nível de toxicidade. O óleo vegetal novo mostrou-se tóxico e o óleo vegetal usado início de toxicidade. O biodiesel apresentou-se mais tóxico que no tempo anterior (Figura 25), chegando a 100% de inibição.





**Figura 28:** Porcentagem de Inibição na Germinação de Sementes de *L. sativa* no tempo T=180. Dados corrigidos.

Na avaliação utilizando *E. andrei* não foram apresentadas diferenças em relação ao tempo anterior (Figura 26), apenas houve toxicidade para os contaminantes do óleo lubrificante usado e biodiesel (Figura 29).



**Figura 29:** Mortalidade de *E. andrei* no tempo T=180.

## 5.6 - Análises entre os tempos de Biodegradação.

As Figuras 30, 31 e 32 a seguir mostram todos os dados conforme o tempo de Biodegradação.

Pôde se observar no bioensaio com sementes de *E. sativa* uma diminuição significativa na toxicidade dos óleos lubrificantes mineral e sintético, uma alta e constante toxicidade para o óleo lubrificante usado. Aumento, em menor escala, de toxicidade para os óleos vegetais e um aumento de toxicidade para o biodiesel.

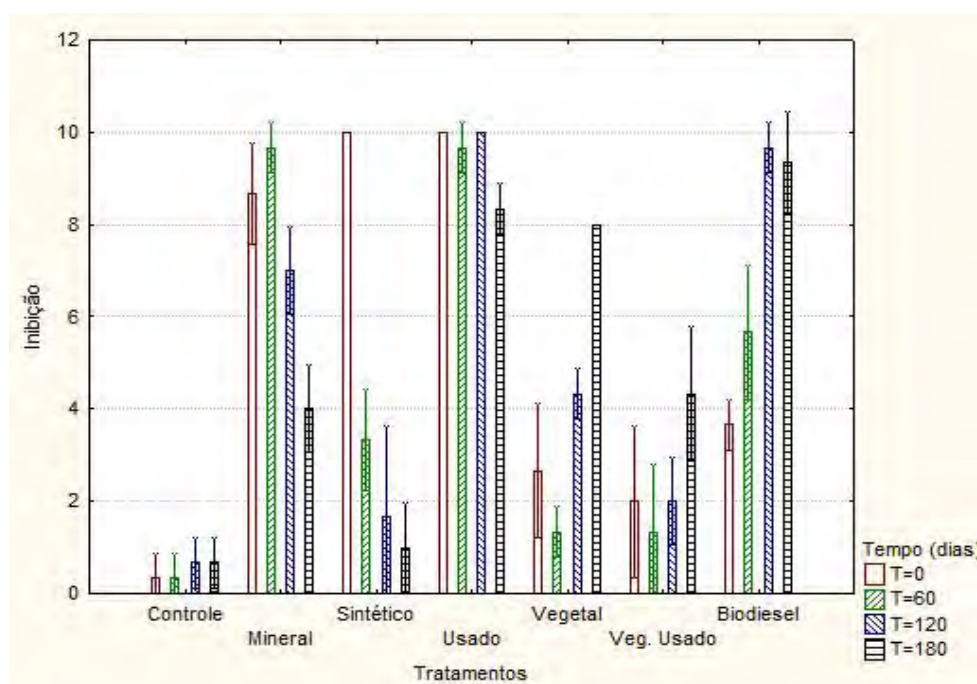
O óleo lubrificante mineral é formado por uma mistura de diferentes moléculas, por isso apresenta diferença na biodegradação e toxicidade em comparação ao óleo lubrificante sintético. O óleo sintético apresenta estrutura conhecida e características mais adequadas para função de lubrificação. O óleo sintético, por não ser formado por uma mistura de moléculas, se torna mais biodegradável.

O óleo lubrificante usado apresenta metais pesados advindo dos motores dos veículos. Isso faz com que sua toxicidade alta se mantenha nos tempo de

biodegradação, apesar das moléculas do óleo se apresentar mais degradados devido a altas temperaturas e compressão do motor.

Os óleos vegetais de forma geral apresentaram um aumento de toxicidade, isso pode ser devido à metabolização e surgimento de compostos secundários. Compostos com características polares são mais assimiláveis e por isso pode ter causado um efeito tóxico maior nas sementes de *E. sativa* utilizadas na avaliação.

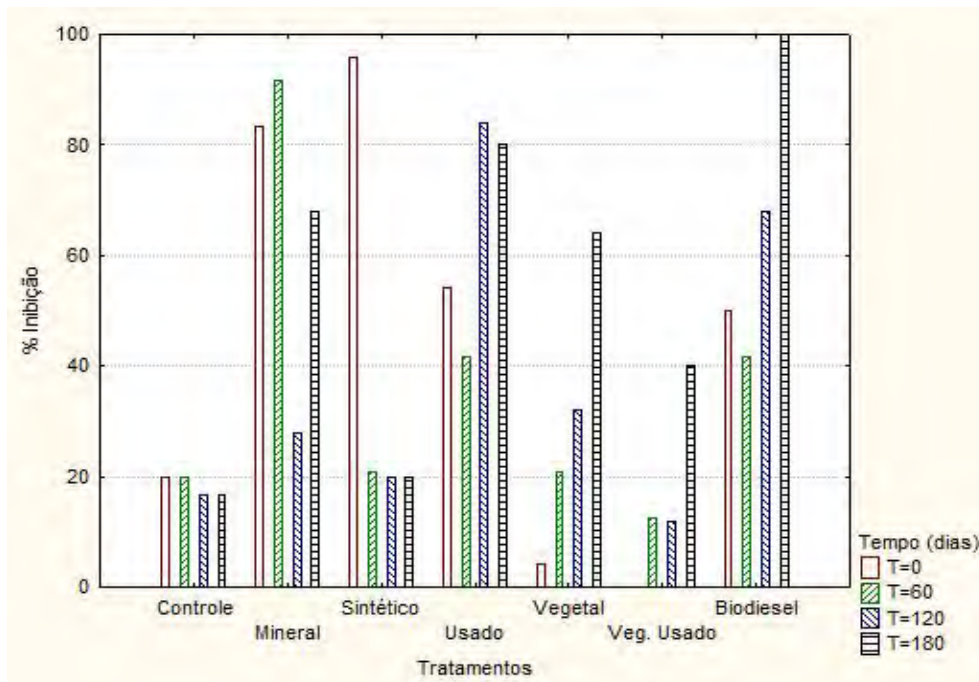
O biodiesel apresentou um aumento de toxicidade conforme o tempo, mostrando que o tempo para a biodegradação desse composto é maior que o tempo amostrado nesta avaliação. Compostos secundários ou subprodutos que não conhecidos podem definir esse efeito tóxico do material.



**Figura 30:** Inibição da Germinação de Sementes de *E. sativa* ao longo do Tempo.

A avaliação com o organismo teste *L. sativa*, de forma geral, se mostrou semelhante à avaliação com a *E. sativa* (Figuras 31 e 30, respectivamente), variando principalmente na avaliação com óleo lubrificante mineral e óleo lubrificante usado.

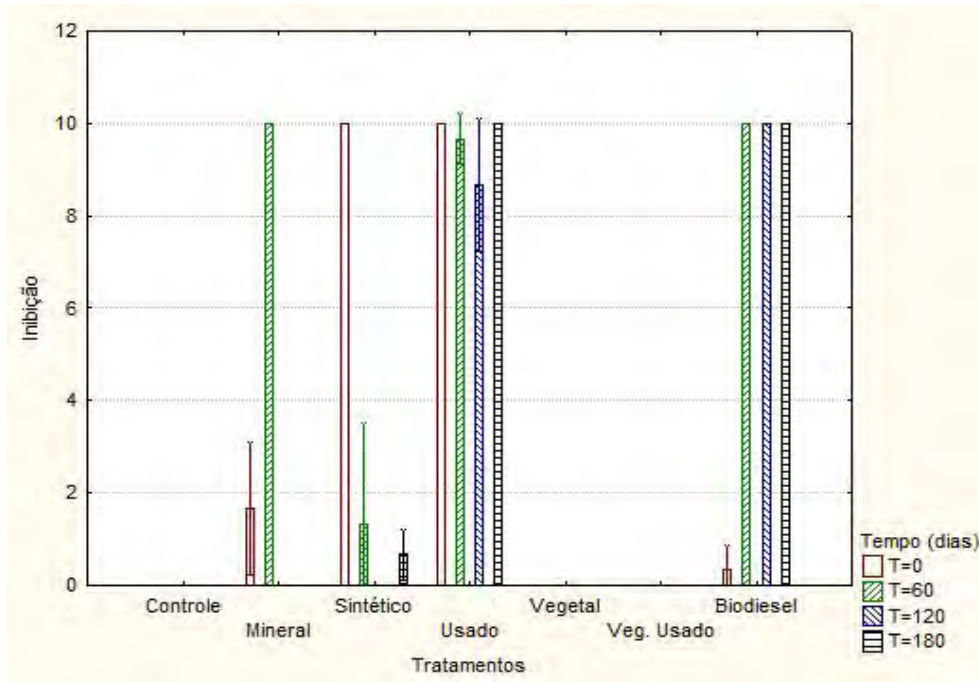
Na avaliação com a *L. sativa* o óleo mineral apresentou um aumento de toxicidade no 180º dia de biodegradação; no óleo lubrificante sintético a toxicidade se manteve baixa e constante (próximo a 20% de inibição) após 60 dias de biodegradação; no caso do óleo lubrificante usado ocorreu um aumento na toxicidade, principalmente após 60 dias de biodegradação; os óleos vegetais aumentaram sua toxicidade no período amostrado, principalmente o óleo vegetal novo; o biodiesel aumentou sua toxicidade e alcançou 100% de inibição no tempo T=180.



**Figura 31:** Porcentagem de Inibição na Germinação de Sementes de *L. sativa* ao longo do Tempo. Dados corrigidos.

A avaliação com *E. andrei* mostrou que para o óleo lubrificante mineral e para o óleo lubrificante sintético, os 180 dias de biodegradação foi bastante eficiente no que diz respeito a diminuição da toxicidade. Para o óleo lubrificante usado o tempo de biodegradação não foi suficiente, isso pode ser explicado pela presença de metais pesados. Os óleos vegetais não apresentaram toxicidade para esse

organismo teste. Já para o biodiesel, a toxicidade aumentou bruscamente em 60 dias e apesar de transcorrido 180 dias de biodegradação a toxicidade não diminuiu, mostrando que o contaminante necessita de mais tempo para efetiva biorremediação.



**Figura 32:** Mortalidade de *E. andrei* ao longo do Tempo.

## 6 – CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados obtidos permitem concluir:

- Nos óleos estudados, o óleo sintético foi o mais biodegradável devido ser formado por apenas um tipo de estrutura química. A medida que houve a adaptação dos microrganismos ao substrato (óleo sintético) a biodegradação foi acelerada e em 60 dias houve redução de toxicidade em todos os testes.

- Nos óleos vegetais e o biodiesel que aparentemente poderiam ser os menos tóxicos devido à origem de formação biológica, a toxicidade a partir de 60 dias aumenta, provavelmente, devido à subprodutos da biodegradação. Estes, possivelmente, são mais polares e mais disponíveis aos organismos testes. Assim, os organismos testes acabaram entrando em contato com essas moléculas e sofrendo intoxicação.

- No tempo zero, o óleo, por ser apolar, acaba envolvendo as sementes, prejudicando a germinação que necessita do contato de água. No caso das minhocas, à medida que há biodegradação dos contaminantes, alguns como o biodiesel produziram algum subproduto tóxico às minhocas. O mineral apresentou-se tóxico e diminui a toxicidade devido à biodegradação. O mesmo ocorre para o sintético, só que mais rapidamente. Para o óleo lubrificante usado não houve mudança acentuada na toxicidade, permanecendo bastante tóxico. Já para o óleo vegetal as minhocas não sofreram efeitos tóxicos mesmo durante a biodegração.

- No caso de uma biorremediação o tempo para os óleos deve superar seis meses com exceção do óleo sintético que em apenas 60 dias reduziu drasticamente a toxicidade levando a concluir que subprodutos tóxicos tenham sido degradados.

Talvez o tempo para biodegração dos óleos de forma que esses não produzam ou deixem o solo com baixa toxicidade seja algo superior a um ano.

## 7 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

AMUND, O.O.Utilization and Degradation of Ester-based synthetic lubricant by Acinetobacter lwoffii. **Biodegradation**, v7, p.91-95, 1996.

ANP, **Bidiesel: O biodiesel obrigatório**. Disponível em <<http://www.anp.gov.br/biocombustiveis/biodiesel.asp>>. Acesso em: Set. 2009.

BARBOSA, R. M. Avaliação do impacto de lodos de estação de tratamentos de água à biota aquática através de estudos ecotoxicológicos. 2000, 200p. Tese (doutorado) – Escola de Engenharia de São Carlos. Universidade de São Paulo. São Carlos , 2000.

BARROS, S.B.M. & DAVINO, S.C. 2003. Avaliação da Toxicidade. In: Oga, S. **Fundamentos de Toxicologia**. São Paulo: Atheneu, p. 57-68.

BASU, B.; SINGH, M. P.; KAPUR, G. S.; NAZAKATI ALI; SASTRY, M. I. S.; JAIN, S. K.; SRIVASTAVA, S. P.; BHATNAGAR, A. K. Prediction of biodegradability of mineral based oils from chemical composition using artificial neural networks. **Tribology International**, v. 31, n. 4, p. 159-168, 1998.

BOOPATHY, R. Factors limiting bioremediation technologies. **Bioresource Technology**, 2000. Vol. 74, p. 63-67.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA). **Revisão da Resolução CONAMA n09/93 – Refino de Óleo Lubrificante Usado**, 2004.



BRASIL. Ministério do Interior. Secretaria Especial do Meio Ambiente. Avaliação da toxicidade para organismos do solo: minhoca *Eisenia foetida*. In: MANUAL de testes para avaliação da ecotoxicidade de agentes químicos. Brasília, 1988. p. D5.1-7.

CETESB – Companhia de Tecnologia e Saneamento Ambiental. Solos – coleta e preparação de amostra – Procedimentos. Norma Técnica L6.245. São Paulo, 1984.

COTTON, F. O.; WISHMAN, M. L.; GOETZINGER, J. W.; REYNOLDS, J. W. Analysis of 30 used motor oils. **Hydrocarb. Proc**, v. 22, p. 131-140, 1977

DERÍSIO, J. C. **Introdução ao Controle de Poluição ambiental**. 3. Ed. São Paulo: Signus Editora, 2007.

DAVIDS, C.C. **Avaliação dos métodos de limpeza usados em ambientes costeiros atingidos por óleo**. 195f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Ecologia) – Universidade Estadual Paulista, 2005.

EISENTRAEGER, A.; SCHMIDT, M.; MURRENHOF, H.; DOTT, W.; HAHN, S. Biodegradability testing of synthetic ester lubricants – effects of additives and usage. **Chemosphere**, v. 48, p. 89-96, 2002.

ENERGY INFORMATION ADMINISTRATION (EIA). Official Energy Statistics from U. S. Government. 2008. Disponível em <  
<http://tonto.eia.doe.gov/country/index.cfm?view=>> Acesso: em out/2009.

FORBES, V.E; FORBES T,L. **Ecotoxicology in teory and practice**. London: Chapman & Hall, 1994. 247p.

GERIS, R.; SANTOS, N. A. C. dos; AMARAL, B. A.; MAIA, I. de S.; CASTRO, V. D.; CARVALHO, J. R. M. Biodiesel de soja – reação de transesterificação para aulas práticas de química orgânica. **Química Nova**, v. 30, n. 5, p. 1369-1373, 2007.

GOYAN, R. L.; MELLEY, R. E.; WISSNER, P. A.; ONG, W. C. Biodegradable Lubricants. **Lubrication Engineering**, v. 54, n. 7, p. 10-17, 1998.

INAZAKI, T.H. **Avaliação da biodegradação de efluentes com substâncias persistentes antes e após tratamento eletrolítico para proposta de tratamento físico-biológico alternativo**. 127f. Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual Paulista, 2003.

INAZAKI, T.H.; PIÃO, A.C.S.; BIDOIA, E.D.; RÉGIS, G.; ANGELIS, D.F. Teste de toxicidade utilizando sementes de *Euruca sativa*. **Arquivo do Instituto Biológico**, v. 68 (supl.) p. 1-131, 2001.

JACQUES, R.J.S.; BENTO, F.M.; ANTONIOLLI, Z.I.; CAMARGO, F.A.O. Biorremediação de solos contaminados com hidrocarbonetos aromáticos policíclicos. **Ciência Rural**, Santa Maria, n° 4, v. 37, p.1192-1201. jul-ago, 2007.

MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE (MMA). Gestão de óleo lubrificante automotivo usado em oficinas automotivas – **Projeto programa piloto para a minimização dos impactos gerados por resíduos perigosos**. 2006. 46f.

MONTAGNOLLI, R.N. **Biodegradação de óleos lubrificantes automotivos e óleos vegetais em meio aquoso**. 2008. 151f. Trabalho de Conclusão de Curso (bacharelado - Ciências Biológicas) – Instituto de Biociências, Universidade Estadual Paulista, Rio Claro, 2008.

NAKANO, O.; NETO, S.S.; ZUCCHI, R.A. **Entomologia econômica**. Piracicaba: Livroceres, 1981. 314p.

NAVARRETE, A.A. **Algas na desintoxicação do solo de landfarming de refinaria de petróleo**. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Estadual Paulista, Rio Claro, SP, 100 p., 2006.

OGA, S.; SIQUEIRA, M.E.P.B. Introdução à Toxicologia. In: **Fundamentos de Toxicologia**. São Paulo: Atheneu, p. 1-7.

PASSARELLI, M.M. 2003. Poluentes da Atmosfera. In: Oga, S. **Fundamentos de Toxicologia**. São Paulo: Atheneu, p. 102-104.

PRIMAVESI, A. **Manejo Ecológico do Solo: a agricultura em regiões tropicais**. São Paulo: Nobel, p. 164-203, 1987.

PROVIDENTI, M.A.; LEE, H.; TREVORS, J.T. "Selected factors limiting the microbial degradation of recalcitrant compounds", **Journal of Industrial Microbiology**, vol. 12, p. 379-395. 1993.

RÉGIS, G. **Tratamento eletrolítico das águas residuárias de uma indústria produtora de antioxidante de borracha visando sua biodegradação**. 117f. Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual Paulista, 2000.

ROSATO, Y.B. Biodegradação de Petróleo. In: MELO, I. S.; AZEVEDO, J. L.; **Microbiologia Ambiental**. Jaguariúna: Embrapa- CNPMA, 1997. 440p.

SILVA, R.C.; GIOIELLI, L.A. Propriedades físicas de lipídios estruturados obtidos a partir de banha e óleo de soja. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 42, n. 2, p. 223-235, abr./jun., 2006.

SILVA, R.L.B.; BARRA, C.M.; MONTEIRO, T.C.N.; BRILHANTE, O.M. A study of groundwater contamination with organic fuels and potential public health impact in Itaguaí, Rio de Janeiro State, Brazil. **Caderno de Saúde Pública**, v.18, n.6, p.1599-1607, 2002

SMILES, D. E. Aspects of the physical environment of soils organisms. **Biology and Fertility of Soils**, Berlin, v. 6, n. 3, p. 204-215, 1988.

SOARES JUNIOR, J. **Verificação de contaminantes e a biodegradação de biocombustíveis**. 2008. 108f. Trabalho de Conclusão de Curso (bacharelado e licenciatura - Ciências Biológicas) – Instituto de Biociências, Universidade Estadual Paulista, Rio Claro, 2008.

SUAREZ, P. A. Z.; MENEGHETTI, S. M. P. 70° Aniversário do biodiesel em 2007: evolução e situação atual no Brasil. **Química Nova**, v. 30, n. 8, p. 2068-2071, 2007.

VARGAS, M. **Introdução a Mecânica dos Solos**. São Paulo, MCgraw’Hill do Brasil, Ed. da Universidade de São Paulo, p. 03-46, 1977.

WRIGHT, M. A. **Biodegradation of synthetic ester-based lubricants**. Ph.D thesis. Cranfield Institute of Technology, Cranfield, United Kingdom. 1992.

ZILLI, J.R.; RUMJANEK, N. G.; XAVIER, G. R.; COUTINHO, H. L. C.; NEVES, M. C. P. Diversidade microbiana como indicador de qualidade do solo. **Cadernos de Ciências e Tecnologia**, Brasília, v. 20, n. 3, p.391-411, set./dez. 2003.

## **8 - ANEXOS**

### **8.1 - Anexo A – Resolução CONAMA nº. 362/2005**

#### Resoluções

Publicado no DOU em 27/06/2005, Seção 01, páginas 128, 129 e 130, Edição Número 121

Ministério do Meio Ambiente Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA

#### RESOLUÇÃO N o 362, DE 23 DE JUNHO DE 2005

O CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE-CONAMA, no uso das competências que lhe são conferidas pela Lei 6.938, de 31 de agosto de 1981, regulamentada pelo Decreto nº 99.274, de 6 de junho de 1990, tendo em vista o disposto em seu Regimento Interno, anexo à Portaria nº 499, de 18 de dezembro de 2002, e:

Considerando que o uso prolongado de um óleo lubrificante acabado resulta na sua deterioração parcial, que se reflete na formação de compostos tais como ácidos orgânicos, compostos aromáticos polinucleares potencialmente carcinogênicos, resinas e lacas;

Considerando que a Associação Brasileira de Normas Técnicas ABNT, em sua NBR-10004, "Resíduos Sólidos - classificação", classifica o óleo lubrificante usado como resíduo perigoso por apresentar toxicidade;

Considerando que o descarte de óleo lubrificante usado ou contaminado para o solo ou cursos de água gera graves danos ambientais;

Considerando que a combustão de óleos lubrificantes usados gera gases residuais nocivos ao meio ambiente e à saúde pública;

Considerando que a categoria de processos tecnológico-industriais chamada genericamente de rerrefino, corresponde ao método ambientalmente mais seguro para a reciclagem do óleo lubrificante usado ou contaminado, e, portanto, a melhor alternativa de gestão ambiental deste tipo de resíduo; e

Considerando a necessidade de estabelecer novas diretrizes para o recolhimento e destinação de óleo lubrificante usado ou contaminado, resolve:

Art. 1º Todo óleo lubrificante usado ou contaminado deverá ser recolhido, coletado e ter destinação final, de modo que não afete negativamente o meio ambiente e propicie a máxima recuperação dos constituintes nele contidos, na forma prevista nesta Resolução.

Art. 2º Para efeito desta Resolução serão adotadas as seguintes definições:

I - coletor: pessoa jurídica devidamente autorizada pelo órgão regulador da indústria do petróleo e licenciada pelo órgão ambiental competente para realizar atividade de coleta de óleo lubrificante usado ou contaminado;

II - coleta: atividade de retirada do óleo usado ou contaminado do seu local de recolhimento e de transporte até à destinação ambientalmente adequada;

III - certificado de coleta: documento previsto nas normas legais vigentes que comprova os volumes de óleos lubrificantes usados ou contaminados coletados;

IV - certificado de recebimento: documento previsto nas normas legais vigentes que comprova a entrega do óleo lubrificante usado ou contaminado do coletor para o rerrefinador;

V - gerador: pessoa física ou jurídica que, em decorrência de sua atividade, gera óleo lubrificante usado ou contaminado;

VI - importador: pessoa jurídica que realiza a importação do óleo lubrificante acabado, devidamente autorizada para o exercício da atividade;

VII - óleo lubrificante básico: principal constituinte do óleo lubrificante acabado, que atenda a legislação pertinente;

VIII - óleo lubrificante acabado: produto formulado a partir de óleos lubrificantes básicos, podendo conter aditivos;

IX - óleo lubrificante usado ou contaminado: óleo lubrificante acabado que, em decorrência do seu uso normal ou por motivo de contaminação, tenha se tornado inadequado à sua finalidade original;

X produtor: pessoa jurídica responsável pela produção de óleo lubrificante acabado em instalação própria ou de terceiros, devidamente licenciada pelo órgão ambiental competente, e autorizada para o exercício da atividade pelo órgão regulador da indústria do petróleo;

XI - reciclagem: processo de transformação do óleo lubrificante usado ou contaminado, tornando-o insumo destinado a outros processos produtivos;

XII - recolhimento: é a retirada e armazenamento adequado do óleo usado ou contaminado do equipamento que o utilizou até o momento da sua coleta, efetuada pelo revendedor ou pelo próprio gerador;

XIII - rerrefinador: pessoa jurídica, responsável pela atividade de rerrefino, devidamente autorizada pelo órgão regulador da indústria do petróleo para a atividade de rerrefino e licenciada pelo órgão ambiental competente;

XIV - rerrefino: categoria de processos industriais de remoção de contaminantes, produtos de degradação e aditivos dos óleos lubrificantes usados ou contaminados, conferindo aos mesmos características de óleos básicos, conforme legislação específica;

XV - revendedor: pessoa jurídica que comercializa óleo lubrificante acabado no atacado e no varejo tais como: postos de serviço, oficinas, supermercados, lojas de autopeças, atacadistas, etc; e

XVI - águas interiores: as compreendidas entre a costa e as linhas de base reta, a partir das quais se mede a largura do mar territorial; as dos portos; as das

baías; as dos rios e de seus estuários; as dos lagos, lagoas e canais, e as subterrâneas.

Art. 3º Todo o óleo lubrificante usado ou contaminado coletado deverá ser destinado à reciclagem por meio do processo de rerrefino.

§ 1º A reciclagem referida no caput poderá ser realizada, a critério do órgão ambiental competente, por meio de outro processo tecnológico com eficácia ambiental comprovada equivalente ou superior ao rerrefino.

§ 2º Será admitido o processamento do óleo lubrificante usado ou contaminado para a fabricação de produtos a serem consumidos exclusivamente pelos respectivos geradores industriais.

§ 3º Comprovada, perante ao órgão ambiental competente, a inviabilidade de destinação prevista no caput e no § 1º deste artigo, qualquer outra utilização do óleo lubrificante usado ou contaminado dependerá do licenciamento ambiental.

§ 4º Os processos utilizados para a reciclagem do óleo lubrificante deverão estar devidamente licenciados pelo órgão ambiental competente.

Art. 4º Os óleos lubrificantes utilizados no Brasil devem observar, obrigatoriamente, o princípio da reciclabilidade.

Art. 5º O produtor, o importador e o revendedor de óleo lubrificante acabado, bem como o gerador de óleo lubrificante usado, são responsáveis pelo recolhimento do óleo lubrificante usado ou contaminado, nos limites das atribuições previstas nesta Resolução.

Art. 6º O produtor e o importador de óleo lubrificante acabado deverão coletar ou garantir a coleta e dar a destinação final ao óleo lubrificante usado ou contaminado, em conformidade com esta Resolução, de forma proporcional em relação ao volume total de óleo lubrificante acabado que tenham comercializado.

§ 1º Para o cumprimento da obrigação prevista no caput deste artigo, o produtor e o importador poderão:



I - contratar empresa coletora regularmente autorizada junto ao órgão regulador da indústria do petróleo; ou

II - habilitar-se como empresa coletora, na forma da legislação do órgão regulador da indústria do petróleo.

§ 2º A contratação de coletor terceirizado não exonera o produtor ou importador da responsabilidade pela coleta e destinação legal do óleo usado ou contaminado coletado.

§ 3º Respondem o produtor e o importador, solidariamente, pelas ações e omissões dos coletores que contratarem.

Art. 7º Os produtores e importadores são obrigados a coletar todo óleo disponível ou garantir o custeio de toda a coleta de óleo lubrificante usado ou contaminado efetivamente realizada, na proporção do óleo que colocarem no mercado conforme metas progressivas intermediárias e finais a serem estabelecidas pelos Ministérios de Meio Ambiente e de Minas e Energia em ato normativo conjunto, mesmo que superado o percentual mínimo fixado.

Parágrafo único. Os órgãos referidos no caput deverão estabelecer, ao menos anualmente, o percentual mínimo de coleta de óleos lubrificantes usados ou contaminados, não inferior a 30% (trinta por cento), em relação ao óleo lubrificante acabado comercializado, observado o seguinte:

I análise do mercado de óleos lubrificantes acabados, na qual serão considerados os dados dos últimos três anos;

II - tendência da frota nacional quer seja rodoviária, ferroviária, naval ou aérea;

III - tendência do parque máquinas industriais consumidoras de óleo, inclusive agroindustriais;

IV - capacidade instalada de rerrefino;

V - avaliação do sistema de recolhimento e destinação de óleo lubrificante usado ou contaminado;

VI - novas destinações do óleo lubrificante usado ou contaminado, devidamente autorizadas;

VII - critérios regionais; e

VIII - as quantidades de óleo usado ou contaminado efetivamente coletadas.

Art. 8º O Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis-IBAMA, o órgão regulador da indústria do petróleo e o órgão estadual de meio ambiente, este, quando solicitado, são responsáveis pelo controle e verificação do exato cumprimento dos percentuais de coleta fixados pelos Ministérios do Meio Ambiente e de Minas e Energia.

Parágrafo único. Para a realização do controle de que trata o caput deste artigo, o IBAMA terá como base as informações relativas ao trimestre civil anterior.

Art. 9º O Ministério do Meio Ambiente, na primeira reunião ordinária do Conselho Nacional do Meio Ambiente-CONAMA de cada ano, apresentará o percentual mínimo de coleta de óleo lubrificante usado ou contaminado, acompanhado de relatório justificativo detalhado, e o IBAMA apresentará relatório sobre os resultados da implementação desta Resolução.

Art. 10. Não integram a base de cálculo da quantia de óleo lubrificante usado ou contaminado a ser coletada pelo produtor ou importador os seguintes óleos lubrificantes acabados:

I - destinados à pulverização agrícola;

II - para correntes de moto-serra;

III - industriais que integram o produto final, não gerando resíduo;

IV - de estampagem;

V - para motores dois tempos;

VI - destinados à utilização em sistemas selados que não exijam troca ou que impliquem em perda total do óleo;

VII - solúveis;

VIII - fabricados à base de asfalto;

IX - destinados à exportação, incluindo aqueles incorporados em máquinas e equipamentos destinados à exportação; e

X - todo óleo lubrificante básico ou acabado comercializado entre as empresas produtoras, entre as empresas importadoras, ou entre produtores e importadores, devidamente autorizados pela Agência Nacional do Petróleo-ANP.

Art. 11. O Ministério do Meio Ambiente manterá e coordenará grupo de monitoramento permanente para o acompanhamento desta Resolução, que deverá se reunir ao menos trimestralmente, ficando assegurada a participação de representantes do órgão regulador da indústria do petróleo, dos produtores e importadores, dos revendedores, dos coletores, dos rerrefinadores, das entidades representativas dos órgãos ambientais estaduais e municipais e das organizações não governamentais ambientalistas.

Art. 12. Ficam proibidos quaisquer descartes de óleos usados ou contaminados em solos, subsolos, nas águas interiores, no mar ritorial, na zona econômica exclusiva e nos sistemas de esgoto ou evacuação de águas residuais.

Art. 13. Para fins desta Resolução, não se entende a combustão ou incineração de óleo lubrificante usado ou contaminado como formas de reciclagem ou de destinação adequada.

Art. 14. No caso dos postos de revenda flutuantes que atendam embarcações, o gerenciamento do óleo lubrificante usado ou contaminado deve atender a legislação ambiental vigente.

Art. 15. Os óleos lubrificantes usados ou contaminados não rerrefináveis, tais como as emulsões oleosas e os óleos biodegradáveis, devem ser recolhidos e

eventualmente coletados, em separado, segundo sua natureza, sendo vedada a sua mistura com óleos usados ou contaminados rerrefináveis.

Parágrafo único. O resultado da mistura de óleos usados ou contaminados não rerrefináveis ou biodegradáveis com óleos usados ou contaminados rerrefináveis é considerado integralmente óleo usado ou contaminado não rerrefinável, não biodegradável e resíduo perigoso (classe I), devendo sofrer destinação ou disposição final compatível com sua condição.

Art. 16. São, ainda, obrigações do produtor e do importador:

I - garantir, mensalmente, a coleta do óleo lubrificante usado ou contaminado, no volume mínimo fixado pelos Ministérios do Meio Ambiente e de Minas e Energia, que será calculado com base no volume médio de venda dos óleos lubrificantes acabados, verificado no trimestre civil anterior.

II - prestar ao IBAMA e, quando solicitado, ao órgão estadual de meio ambiente, até o décimo quinto dia do mês subsequente a cada trimestre civil, conforme previsto no Anexo I desta Resolução, informações mensais relativas aos volumes de:

a) óleos lubrificantes comercializados por tipo, incluindo os dispensados de coleta;

b) coleta contratada, por coletor; e

c) óleo básico rerrefinado adquirido, por rerrefinador.

III receber os óleos lubrificantes usados ou contaminados não recicláveis decorrentes da utilização por pessoas físicas, e destiná-los a processo de tratamento aprovado pelo órgão ambiental competente;

IV - manter sob sua guarda, para fins fiscalizatórios, os Certificados de Recebimento emitidos pelo rerrefinador e demais documentos legais exigíveis, pelo prazo de cinco anos;

V - divulgar, em todas as embalagens de óleos lubrificantes acabados, bem como em informes técnicos, a destinação e a forma de retorno dos óleos lubrificantes usados ou contaminados recicláveis ou não, de acordo com o disposto nesta Resolução;

VI - a partir de um ano da publicação desta resolução, divulgar em todas as embalagens de óleos lubrificantes acabados, bem como na propaganda, publicidade e em informes técnicos, os danos que podem ser causados à população e ao ambiente pela disposição inadequada do óleo usado ou contaminado.

§ 1º O produtor ou o importador que contratar coletor terceirizado deverá celebrar com este contrato de coleta, com a interveniência do responsável pela destinação adequada.

§ 2º Uma via do contrato de coleta previsto no parágrafo anterior será arquivada, à disposição do órgão estadual ambiental, onde o contratante tiver a sua sede principal, por um período mínimo de cinco anos, da data de encerramento do contrato.

Art. 17. São obrigações do revendedor:

I - receber dos geradores o óleo lubrificante usado ou contaminado;

II - dispor de instalações adequadas devidamente licenciadas pelo órgão ambiental competente para a substituição do óleo usado ou contaminado e seu recolhimento de forma segura, em lugar acessível à coleta, utilizando recipientes propícios e resistentes a vazamentos, de modo a não contaminar o meio ambiente;

III - adotar as medidas necessárias para evitar que o óleo lubrificante usado ou contaminado venha a ser misturado com produtos químicos, combustíveis, solventes, água e outras substâncias, evitando a inviabilização da reciclagem;

IV - alienar os óleos lubrificantes usados ou contaminados exclusivamente ao coletor, exigindo:

a) a apresentação pelo coletor das autorizações emitidas pelo órgão ambiental competente e pelo órgão regulador da indústria do petróleo para a atividade de coleta;

b) a emissão do respectivo certificado de coleta.

V - manter para fins de fiscalização, os documentos comprobatórios de compra de óleo lubrificante acabado e os Certificados de Coleta de óleo lubrificante usado ou contaminado, pelo prazo de cinco anos;

VI - divulgar em local visível ao consumidor, no local de exposição do óleo acabado posto à venda, a destinação disciplinada nesta Resolução, na forma do Anexo III; e

VII manter cópia do licenciamento fornecido pelo órgão ambiental competente para venda de óleo acabado, quando aplicável, e do recolhimento de óleo usado ou contaminado em local visível ao consumidor.

Art. 18. São obrigações do gerador:

I - recolher os óleos lubrificantes usados ou contaminados de forma segura, em lugar acessível à coleta, em recipientes adequados e resistentes a vazamentos, de modo a não contaminar o meio ambiente;

II adotar as medidas necessárias para evitar que o óleo lubrificante usado ou contaminado venha a ser misturado com produtos químicos, combustíveis, solventes, água e outras substâncias, evitando a inviabilização da reciclagem;

III alienar os óleos lubrificantes usados ou contaminados exclusivamente ao ponto de recolhimento ou coletor autorizado, exigindo:

a) a apresentação pelo coletor das autorizações emitidas pelo órgão ambiental competente e pelo órgão regulador da indústria do petróleo para a atividade de coleta;

b) a emissão do respectivo Certificado de Coleta.

IV - fornecer informações ao coletor sobre os possíveis contaminantes contidos no óleo lubrificante usado, durante o seu uso normal;

V - manter para fins de fiscalização, os documentos comprobatórios de compra de óleo lubrificante acabado e os Certificados de Coleta de óleo lubrificante usado ou contaminado, pelo prazo de cinco anos;

VI no caso de pessoa física, destinar os óleos lubrificantes usados ou contaminados não recicláveis de acordo com a orientação do produtor ou do importador; e

VII - no caso de pessoa jurídica, dar destinação final adequada devidamente autorizada pelo órgão ambiental competente aos óleos lubrificantes usados ou contaminados não recicláveis.

§ 1º Os óleos usados ou contaminados provenientes da frota automotiva devem preferencialmente ser recolhidos nas instalações dos revendedores.

§ 2º Se inexistirem coletores que atendam diretamente os geradores, o óleo lubrificante usado ou contaminado poderá ser entregue ao respectivo revendedor.

Art. 19 São obrigações do coletor:

I - firmar contrato de coleta com um ou mais produtores ou importadores com a interveniência de um ou mais rerrefinadores, ou responsável por destinação ambientalmente adequada, para os quais necessariamente deverá entregar todo o óleo usado ou contaminado que coletar;

II - disponibilizar, quando solicitado pelo órgão ambiental competente, pelo prazo de cinco anos, os contratos de coleta firmados;

III - prestar ao IBAMA e, quando solicitado, ao órgão estadual de meio ambiente, até o décimo quinto dia do mês subsequente, a cada trimestre civil, na forma do Anexo II, informações mensais relativas ao volume de:

a) óleo lubrificante usado ou contaminado coletado, por produtor/importador; e

b) óleo lubrificante usado ou contaminado entregue por rerrefinador ou responsável por destinação ambientalmente adequada.

IV emitir a cada aquisição de óleo lubrificante usado ou contaminado, para o gerador ou revendedor, o respectivo Certificado de Coleta;

V - garantir que as atividades de armazenamento, manuseio, transporte e transbordo do óleo lubrificante usado ou contaminado coletado, sejam efetuadas em condições adequadas de segurança e por pessoal devidamente treinado, atendendo à legislação pertinente e aos requisitos do licenciamento ambiental;

VI adotar as medidas necessárias para evitar que o óleo lubrificante usado ou contaminado venha a ser misturado com produtos químicos, combustíveis, solventes, água e outras substâncias, evitando a inviabilização da reciclagem;

VII - destinar todo o óleo lubrificante usado ou contaminado coletado, mesmo que excedente de cotas pré-fixadas, a rerrefinador ou responsável por destinação ambientalmente adequada interveniente em contrato de coleta que tiver firmado, exigindo os correspondentes Certificados de Recebimento, quando aplicável;

VIII - manter atualizados os registros de aquisições, alienações e os documentos legais, para fins fiscalizatórios, pelo prazo de cinco anos; e

IX - respeitar a legislação relativa ao transporte de produtos perigosos.

Art. 20. São obrigações dos rerrefinadores:

I - receber todo o óleo lubrificante usado ou contaminado exclusivamente do coletor, emitindo o respectivo Certificado de Recebimento;

II - manter atualizados e disponíveis para fins de fiscalização os registros de emissão de Certificados de Recebimento, bem como outros documentos legais exigíveis, pelo prazo de cinco anos;

III - prestar ao IBAMA e, quando solicitado, ao órgão estadual de meio ambiente, até o décimo quinto dia do mês subsequente a cada trimestre civil, informações mensais relativas:



a) ao volume de óleos lubrificantes usados ou contaminados recebidos por coletor;

b) ao volume de óleo lubrificante básico rerrefinado produzido e comercializado, por produtor/ importador.

§ 1º Os óleos básicos procedentes do rerrefino deverão se enquadrar nas normas estabelecidas pelo órgão regulador da indústria do petróleo e não conter substâncias proibidas pela legislação ambiental.

§ 2º O rerrefinador deverá adotar a política de geração mínima de resíduos inservíveis no processo de rerrefino.

§ 3º O resíduo inservível gerado no processo de rerrefino será considerado como resíduo classe I, salvo comprovação em contrário com base em laudos de laboratórios devidamente credenciados pelo órgão ambiental competente.

§ 4º Os resíduos inservíveis gerados no processo de rerrefino deverão ser inertizados e receber destinação adequada e aprovada pelo órgão ambiental competente.

§ 5º O processo de licenciamento da atividade de rerrefino, além do exigido pelo órgão estadual de meio ambiente, deverá conter informações sobre:

a) volumes de outros materiais utilizáveis resultantes do processo de rerrefino;

b) volumes de resíduos inservíveis gerados no processo de rerrefino, com a indicação da correspondente composição química média; e

c) volume de perdas no processo.

Art. 21. São obrigações dos demais recicladores, nos processos de reciclagem previstos no art. 3º, desta Resolução:

I - prestar ao IBAMA e, quando solicitado, ao órgão estadual de meio ambiente, até o décimo quinto dia do mês subsequente a cada trimestre civil, informações mensais relativas:

- a) ao volume de óleos lubrificantes usados ou contaminados recebidos;
- b) ao volume de produtos resultantes do processo de reciclagem.

§ 1º O reciclador deverá adotar a política de geração mínima de resíduos inservíveis no processo de reciclagem.

§ 2º O resíduo inservível gerado no processo de reciclagem será considerado como resíduo classe I, salvo comprovação em contrário com base em laudos de laboratórios devidamente credenciados pelo órgão ambiental competente.

§ 3º Os resíduos inservíveis gerados no processo de reciclagem deverão ser inertizados e receber destinação adequada e aprovada pelo órgão ambiental competente.

§ 4º O processo de licenciamento da atividade de reciclagem, além do exigido pelo órgão estadual de meio ambiente, deverá conter informações sobre:

- a) volumes de outros materiais utilizáveis resultantes do processo de reciclagem;
- b) volumes de resíduos inservíveis gerados no processo de reciclagem, com a indicação da correspondente composição química média;
- c) volume de perdas no processo.

Art. 22. O não cumprimento ao disposto nesta Resolução acarretará aos infratores, entre outras, as sanções previstas na Lei n o 9.605, 12 de fevereiro de 1998, e no Decreto n o 3.179, de 22 de setembro de 1999.

Art. 23. As obrigações previstas nesta Resolução são de relevante interesse ambiental.

Art. 24. A fiscalização do cumprimento das obrigações previstas nesta Resolução e aplicação das sanções cabíveis é de responsabilidade do IBAMA e do órgão estadual e municipal de meio ambiente, sem prejuízo da competência própria do órgão regulador da indústria do petróleo.

Art. 25. Esta Resolução entra em vigor na data de sua publicação.

Art. 26. Fica revogada a Resolução CONAMA n o 9, de 31 de agosto de 1993.

MARINA SILVA

ANEXO I

### INFORMAÇÕES DOS PRODUTORES E IMPORTADORES

Os produtores e/ou importadores deverão prestar trimestralmente ao IBAMA as informações constantes nas tabelas I, II e III deste anexo, até o 15º dia útil do mês imediatamente subsequente ao período de tempo considerado.

#### TABELA I

Produtor e/ou importador :

CNPJ:

Ano:

Discriminação de cada produto fabricado ou importado pelo nº registro na ANP	Volume comercializado (m³)			Total trimestre (m³)
	mês:	mês:	mês:	
Total				
Volume dispensado de coleta (m³)				
Nº Registro ANP	Uso preponderante			
Total				

TABELA II

Mês/ano	Coleta contratada (m <sup>3</sup> )	Coletor	CNPJ
Total			
Total			

TABELA III

Mês/ano	Volume Adquirido (m <sup>3</sup> )	Retrefinador (CNPJ)
Total		
Total		

Sendo:

Volume comercializado = o volume (em m<sup>3</sup>) comercializado de óleo lubrificante acabado em cada mês do trimestre relativo para todos os óleos que

compõem a sua linha de produção e/ou importação, devidamente discriminados pelo número de registro na Agência Nacional do Petróleo-ANP.

Volume dispensado de coleta = o volume (em m<sup>3</sup>) comercializado de todos os óleos dispensáveis de coleta que compõem sua linha de produção e/ou importação, devidamente discriminados pelo número de registro na Agência Nacional do Petróleo-ANP, classificados pelo seu uso/destinação principal de acordo com a informação contida no artigo.....

Volume coletado = volume (em m<sup>3</sup>) de óleo lubrificante usado ou contaminado coletado em cada mês do trimestre considerado

Volume enviado ao rerrefino = o volume (em m<sup>3</sup>) de óleo lubrificante usado ou contaminado, em cada mês do trimestre considerado, enviado a cada rerrefinador, identificado pelo seu respectivo Cadastro Nacional de Pessoa Jurídica-CNPJ.

Volume adquirido = o volume (em m<sup>3</sup>) de óleo lubrificante básico adquirido, em cada mês do trimestre considerado, oriundo da operação de rerrefino, devidamente identificado em cada rerrefinador, por meio de seu CNPJ.

As empresas rerrefinadoras deverão prestar trimestralmente ao IBAMA as informações constantes nas tabelas IV e V, deste anexo, até o décimo quinto dia útil do mês imediatamente subsequente ao período de tempo considerado.

TABELA IV

Rerrefinador:

CNPJ:

Mês/ano	Volume Recebido (m <sup>3</sup> )	Coletor (CNPJ)
Total		
Total		

TABELA V

Mês/ano	Volume Rerrefinado Acabado (m <sup>3</sup> )		Produtor e/ou Importador (CNPJ)
	Produzido	Comercializado	
Total			
Total			

Sendo:

Volume Recebido = o volume (em m<sup>3</sup>) de óleo lubrificante usado ou contaminado recebido da operação de coleta, em cada mês do trimestre considerado, e enviado a cada produtor e/ou importador, identificado pelo respectivo CNPJ.

Volume Rerrefinado Acabado = o volume (em m<sup>3</sup>) de óleo lubrificante rerrefinado acabado, em cada mês do trimestre considerado, enviado a cada produtor e/ou importador, identificado pelo respectivo CNPJ.

O IBAMA disponibilizará anualmente relatórios específicos onde constarão os percentuais atingidos por produtor e/ou importador, relativos a coleta de óleo lubrificante usado ou contaminado e ao óleo lubrificante acabado comercializado pelo site menu relatórios.

## ANEXO II

### INFORMAÇÕES DOS COLETORES

Os Coletores deverão prestar trimestralmente ao IBAMA as informações constantes deste Anexo, Tabelas I e II até o décimo quinto dia útil do mês imediatamente subsequente ao período de tempo considerado.

Coletor

CNPJ n o

Registro na ANP n o

Ano

TABELA I

Mês/ano	Volume coletado (m <sup>3</sup> )	Produtor/Importador	(CNPJ)
Total			
Total			

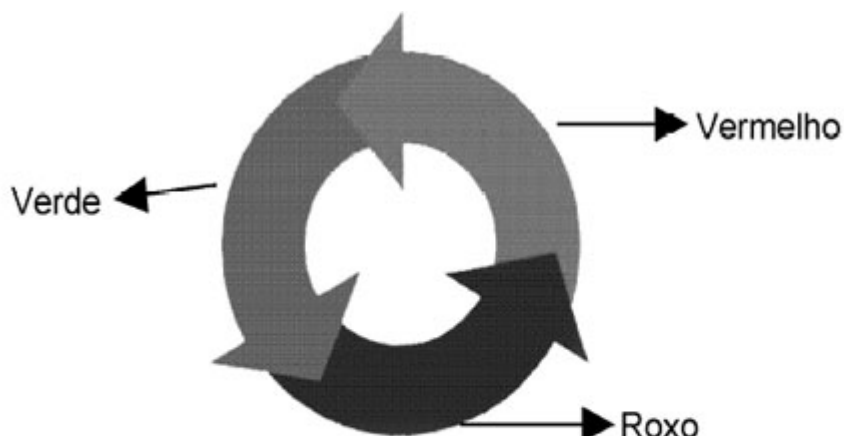
TABELA II

Mês/ano	Volume Entregue (m <sup>3</sup> )	Rerefinador	(CNPJ)
Total			
Total			

ANEXO III

MODELO DE ALERTA PARA AS EMBALAGENS DE ÓLEO E PONTOS DE  
REVENDA





**ATENÇÃO**  
**O ÓLEO LUBRIFICANTE APÓS SEU USO É UM**  
**RESÍDUO PERIGOSO**

O óleo lubrificante usado quando é descartado no meio ambiente provoca impactos ambientais negativos, tais como : contaminação dos corpos de água, contaminação do solo por metais pesados .

O produtor, importador e revendedor de óleo lubrificante, bem como o consumidor de óleo lubrificante usado, são responsáveis pelo seu recolhimento e sua destinação.

Senhor Consumidor: retorne o óleo lubrificante usado ao revendedor.

O não cumprimento da Resolução CONAMA acarretará aos infratores as sanções previstas na Lei nº 9.605 de 12 de fevereiro de 1998 e no Decreto nº 3.179, de 22 de setembro de 1999.

**8.2 - Anexo B – Portaria nº. 125 – Agência Nacional do Petróleo (ANP)**

AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO - ANP

PORTARIA Nº 125, DE 30 DE JULHO DE 1999

Regulamenta a atividade de recolhimento, coleta e destinação final do óleo lubrificante usado ou contaminado.

O DIRETOR da AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO – ANP, no uso de suas atribuições

legais, conferidas pela Portaria ANP nº 118, de 14 de julho de 1999, e com base na Resolução de

Diretoria nº 355, de 29 de julho de 1999 e considerando:

- a necessidade de controle do descarte de óleo lubrificante usado ou contaminado, em

conformidade com o que estabelece a Resolução CONAMA n.º 9, de 31 de agosto de 1993;

- que a reciclagem de óleo lubrificante usado ou contaminado é uma atividade prioritária para a gestão ambiental;

- as diretrizes constantes da Portaria Interministerial MME/MMA n.º 1, de 29 de julho de 1999;

- disposto no inciso IX, do art. 8º, da Lei n.º 9.478, de 6 de agosto de 1997; torna público o seguinte

ato:

Art. 1º Fica regulamentada, através da presente Portaria, a atividade de recolhimento, coleta e destinação final do óleo lubrificante usado ou contaminado.

Art. 2º Para os fins desta Portaria, ficam estabelecidas as seguintes definições:

I - óleo lubrificante básico: principal constituinte do óleo lubrificante acabado, podendo ser de origem mineral (derivado do petróleo), ou sintético (derivado de vegetal ou de síntese química);

II - óleo lubrificante acabado: produto formulado a partir de óleo lubrificante básico, podendo conter aditivos;

III - óleo lubrificante usado ou contaminado: óleo lubrificante acabado que, em função do seu uso normal ou por motivo de contaminação, tenha se tornado inadequado à sua finalidade original;

IV - rerrefino: processo industrial para remoção de contaminantes, de produtos de degradação e de aditivos do óleo lubrificante usado ou contaminado, conferindo ao produto final as mesmas características de óleo lubrificante básico;

V - coletor: pessoa jurídica que cuida da atividade que compreende a coleta, transporte,

armazenagem e alienação de óleos lubrificantes usados ou contaminados;

VI - produtor: pessoa jurídica responsável pela produção ou envasilhamento de óleo lubrificante

acabado;

VII - importador: pessoa jurídica que realiza importações de óleo lubrificante acabado;

PANP 125/99

2/4

VIII - recolhimento: é a guarda de óleo usado ou contaminado, levada a efeito por pessoa física ou

jurídica até o momento da sua coleta ou descarte em local autorizado pela legislação aplicável.

Parágrafo único: Para fins desta portaria equipara-se ao produtor, qualquer pessoa jurídica que

alienar óleo lubrificante básico diretamente ao consumidor final.

Art. 3º O produtor, o importador, o revendedor e o consumidor final de óleo lubrificante acabado

ficam responsáveis pelo recolhimento de óleo lubrificante usado ou contaminado, nos limites das

atribuições determinadas nesta Portaria e demais normas pertinentes.

Art. 4º O produtor e o importador de óleo lubrificante acabado ficam obrigados a garantir a coleta e

a destinação final do óleo lubrificante usado ou contaminado, na proporção relativa ao volume total de

óleo lubrificante acabado por eles comercializado.

Parágrafo único. Para cumprimento da obrigação prevista no caput deste artigo, o produtor e o

importador poderão:

I – contratar empresa coletora regularmente cadastrada junto a ANP; ou

II – cadastrar-se junto a ANP como empresa coletora, cumprindo as obrigações previstas no art. 4º

da Portaria nº 127, de 30 de julho de 1999.

Art. 5º Os prazos e quantidades para coleta e destinação final, em conformidade com o art.7º da

Resolução CONAMA n.º 9, de 31 de agosto de 1993 e art. 2º da Portaria Interministerial MME/MMA n.º

1, de 29 de julho de 1999, para óleo lubrificante usado ou contaminado de que trata esta portaria, são:

I - a partir de 01/10/1999: o volume mínimo de coleta e destinação de óleo lubrificante usado ou

contaminado igual a 20% (vinte por cento) do volume total de óleo lubrificante acabado comercializado;

II - a partir de 01/10/2000: o volume mínimo de coleta e destinação de óleo lubrificante usado ou

contaminado igual a 25% (vinte e cinco por cento) do volume total de óleo lubrificante acabado

comercializado;

III - a partir de 01/10/2001: o volume mínimo de coleta e destinação de óleo lubrificante usado ou

contaminado igual a 30% (trinta por cento) do volume total de óleo lubrificante acabado comercializado.

Parágrafo único. Para o cálculo do volume mensal mínimo de óleo lubrificante usado ou

contaminado a ser recolhido, será utilizado o volume médio de vendas de óleo lubrificante acabado

verificado no trimestre anterior.

Art. 6º Os produtores e os importadores de óleo lubrificante acabado deverão, trimestralmente, até o

dia 15 (quinze) do mês subsequente, contado a partir de 1º de outubro de 1999, comprovar perante à ANP

a destinação final das quantidades de óleos lubrificantes usados ou contaminados coletados, conforme

disposto no art. 5º desta Portaria.

§ 1º Os produtores ou importadores que se utilizarem do disposto no inciso I do parágrafo único do

art. 4º, deverão comprovar o cumprimento do que trata o caput deste artigo, mediante relatório de coleta emitido pelo coletor.

PANP 125/99

3/4

§ 2º A partir de 31 de julho de 2000 o relatório de que trata o § 1º deste artigo deverá ser emitido

para cada Estado da Federação onde ocorrer a comercialização de óleo lubrificante.

Art. 7º REVOGADO

Art. 8º Com o propósito de permitir aos produtores e aos importadores de óleo lubrificante acabado

a livre escolha da empresa coletora especializada, a ANP publicará mensalmente no endereço:

<http://www.anp.gov.br> a lista das empresas cadastradas para executar a coleta do óleo lubrificante usado

ou contaminado, disponibilizando as seguintes informações:

I - razão social;

II - número do registro na ANP;

III - endereço, telefone, fax e e-mail.

Art. 9º As pessoas jurídicas de que trata o art. 4º desta Portaria deverão, trimestralmente, até o dia

15 do mês subsequente, a partir de 1º de outubro de 1999, informar à ANP os volumes de vendas de óleo

lubrificante comercializado por Estado.

Art.10. Os volumes de óleo lubrificante acabado a seguir especificados não integram a base de

cálculo para os fins do art. 4º desta Portaria, devendo, no entanto, constar das informações de que trata o

art. 9º:

I - destinados a pulverizações agrícolas, óleos industriais que integrem o processo produtivo, óleos

para motores 2 tempos, óleos de amortecedores, produtos destinados à utilizações que não exijam troca;

II - óleos lubrificante acabado que comprovadamente sejam destinados à exportação, incluindo

aqueles utilizados em máquinas e equipamentos exportados;

III - todo óleo lubrificante acabado comercializado entre as empresas produtoras, entre as empresas

importadoras ou entre produtores e importadores, devidamente cadastrados na ANP.

Art. 11. Ao estabelecimento que comercializa óleo lubrificante acabado no varejo, diretamente ao

consumidor, compete:

I – colocar à disposição dos clientes instalações próprias para recebimento e armazenagem do óleo

lubrificante usado ou contaminado, disponibilizando-o para coleta;

II – indicar Revendedor Varejista (Postos Revendedores) ou empresa especializada com os quais

tenha firmado contrato para realizar troca de óleo usado ou contaminado; ou

III – entregar recipiente vazio ao consumidor, próprio para o recolhimento do óleo usado ou

contaminado, indicando o local onde o mesmo deverá ser entregue.

Art. 12. Todos os produtores e importadores deverão promover programas de esclarecimentos

mediante:

I - divulgação do conteúdo desta Portaria em um prazo máximo de 180 (cento e oitenta) dias a todos

os seus clientes;

PANP 125/99

4/4

II - durante os primeiros 3 (três) anos, uma vez por ano, promover a divulgação desta portaria e de

outras ligadas ao mesmo assunto a todos os seus clientes;

III - participarem individualmente ou através de associação de classe de campanhas publicitárias de

esclarecimento à população sobre recolhimento, coleta e potenciais riscos causados pelo derramamento

ou destino inadequado de óleo lubrificante usado ou contaminado.

Parágrafo único. Os recibos referentes às eventuais contratações para cumprimento do disposto nos

incisos I e II deste artigo deverão ser arquivados por 5 (cinco) anos para efeito fiscalizatório.

Art. 13. Os agentes do setor a que se referem as normas previstas nesta Portaria deverão se adequar

às presentes disposições no prazo máximo de 60 (sessenta) dias, contados da data da republicação desta

Portaria.

Art. 14. O não cumprimento do disposto nesta Portaria acarretará aos infratores as sanções previstas

na Lei nº 9.847, de 26 de outubro de 1999 e no Decreto n.º 2.953, de 28 de janeiro de 1999.

Art. 15. Esta Portaria entra em vigor na data de sua publicação.

Art. 16. Ficam revogadas as disposições em contrário.

GIOVANNI TONIATTI

DIRETOR

Publicada no DOU de 02/08/99

Republicada no DOU de 30/09/99 e 28/04/2000

### **8.3 - Anexo C – Revisão da Resolução CONAMA nº. 09/93**

RESOLUÇÃO Nº 9, DE 31 DE AGOSTO DE 1993

O CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE - CONAMA, no uso das atribuições previstas na Lei nº 6.938, de 31 de agosto de 1981, alterada pelas Leis nº 7.804, de 18 de julho de 1989, e nº 8.028, de 12 de abril de 1990, e regulamentada pelo Decreto nº 99.274, de 06 de junho de 1990, e no Regimento Interno aprovado pela Resolução/conama/nº 025, de 03 de dezembro de 1986,

Considerando que o uso prolongado de um óleo lubrificante resulta na sua deterioração parcial, que se reflete na formação de compostos tais como ácidos

orgânicos, compostos aromáticos polinucleares, "potencialmente carcinogênicos", resinas e lacas, ocorrendo também contaminações acidentais ou propositais;

Considerando que a Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT, em sua NBR-10004, "Resíduos Sólidos - classificação", clasifica o óleo lubrificante usado como perigoso por apresentar toxicidade;

Considerando que o descarte de óleos lubrificantes usados ou emulsões oleosas para o solo ou cursos d'água gera graves danos ambientais;

Considerando que a combustão dos óleos lubrificantes usados pode gerar gases residuais nocivos ao meio ambiente;

Considerando a gravidade do ato de se contaminar o óleo lubrificante usado com policlorados (PCB's), de caráter particularmente perigoso;

Considerando que as atividades de gerenciamento de óleos lubrificantes usados devem estar organizadas e controladas de modo a evitar danos à saúde, ao meio ambiente;

Considerando ainda que a reciclagem é instrumento prioritário para a gestão ambiental, resolve:

Art. 1º Para efeito desta Resolução, entende-se por:

I - Óleo lubrificante básico: principal constituinte do óleo lubrificante. De acordo com sua origem, pode ser mineral (derivado de petróleo), ou sintético (derivado de vegetal ou de síntese química);

II - Óleo lubrificante: produto formulado a partir de óleos lubrificantes básicos e aditivos;

III - Óleo lubrificante usado ou contaminado regenerável: óleo lubrificante que, em decorrência do seu uso normal ou por motivo de contaminação, tenha se tornado inadequado à sua finalidade original, podendo, no entanto, ser regenerado através de processos disponíveis no mercado;



IV - Óleo lubrificante usado ou contaminado não regenerável: óleo lubrificante usado ou contaminado, conforme definição do item anterior, não podendo, por motivos técnicos, ser regenerado, através de processos disponíveis no mercado;

V - Reciclagem de óleo lubrificante usado ou contaminado: consiste no seu uso ou regeneração. A reciclagem via uso envolve a utilização do mesmo como substituto de um produto comercial ou utilização como matéria-prima em outro processo industrial. A reciclagem via regeneração envolve o processamento de frações utilizáveis e valiosas contidas no óleo lubrificante usado e a remoção dos contaminantes presentes, de forma a permitir que seja reutilizado como matéria-prima. Para fins desta Resolução, não se entende a combustão ou incineração como reciclagem;

VI - Óleo lubrificante reciclável: material passível de uso, ou regeneração;

VII - Rerrefino: processo industrial de remoção de contaminantes, produtos de degradação e aditivos dos óleos lubrificantes usados ou contaminados, conferindo aos mesmos características de óleos básicos, conforme especificação do DNC;

VIII - Combustão: queima com recuperação do calor produzido;

IX - Incineração: queima sob condições controladas, que visa primariamente destruir um produto tóxico ou indesejável, de forma a não causar danos ao meio ambiente;

X - Produtor de óleo lubrificante: formulador, ou envaziliador, ou importador de óleo lubrificante;

XI - Gerador de óleo lubrificante usado ou contaminado: pessoa física ou jurídica que, em decorrência de sua atividade, ou face ao uso de óleos lubrificantes gere qualquer quantidade de óleo lubrificante usado ou contaminado;

XII - Receptor de óleo lubrificante usado ou contaminado: pessoa jurídica que comercialize óleo lubrificante no varejo;

XIII - Coletor de óleo usado ou contaminado: pessoa jurídica, devidamente credenciada pelo Departamento Nacional de Combustíveis, que se dedica à coleta de óleos lubrificantes usados ou contaminados nos geradores ou receptores;

XIV - Rerrefinador de óleo lubrificante usado ou contaminado: pessoa jurídica, devidamente credenciada para a atividade de rerrefino pelo Departamento Nacional de Combustíveis (DNC) e licenciamento pelo órgão estadual de meio ambiente;

Art. 2º Todo o óleo lubrificante usado ou contaminado será, obrigatoriamente, recolhido e terá uma destinação adequada, de forma a não afetar negativamente o meio ambiente.

Art. 3º Ficam proibidos:

I - quaisquer descartes de óleo usados em solos, águas superficiais, subterrâneas, no mar territorial e em sistemas de esgoto ou evacuação de águas residuais;

II - qualquer forma de eliminação de óleos usados que provoque contaminação atmosférica superior ao nível estabelecido na legislação sobre proteção do ar atmosférico (PRONAR);

Art. 4º Ficam proibidos a industrialização e comercialização de novos óleos lubrificantes não recicláveis, nacionais ou importados.

§ 1º Casos excepcionais serão submetidos à aprovação do IBAMA, com base em laudos de laboratórios devidamente credenciados.

§ 2º No caso dos óleos não recicláveis, atualmente comercializados no mercado nacional, o IBAMA, no prazo de 90 (noventa) dias a contar da publicação desta Resolução, efetuará estudos e proposição para a sua substituição.

Art. 5º Fica proibida a disposição dos resíduos derivados no tratamento do óleo lubrificante usado ou contaminado no meio ambiente sem tratamento prévio, que assegure:

I - a eliminação das características tóxicas e poluentes do resíduo;

II - a preservação dos recursos naturais; e

III - o atendimento aos padrões de qualidade ambiental.

Art. 6º A implantação de novas indústrias destinadas à regeneração de óleos lubrificantes usados, assim como a ampliação das existentes, deverá ser baseada em tecnologias que minimizem a geração de resíduos a serem descartados no ar, água, solo ou sistemas de esgotos. Parágrafo único. As indústrias existentes terão o prazo de 120 (cento e vinte) dias para apresentar ao Órgão Estadual de Meio Ambiente um plano de adaptação de seu processo industrial, que assegure a redução e tratamento dos resíduos gerados.

Art. 7º Todo o óleo lubrificante usado deverá ser destinado à reciclagem.

§ 1º A reciclagem do óleo lubrificante usado ou contaminado regenerável deverá ser efetuada através do rerrefino.

§ 2º Qualquer outra utilização do óleo regenerável dependerá de aprovação do órgão ambiental competente.

§ 3º Nos casos onde não seja possível a reciclagem, o órgão ambiental competente poderá autorizar a sua combustão, para aproveitamento energético ou incineração, desde que observadas as seguintes condições:

I - o sistema de combustão/incineração esteja devidamente licenciado ou autorizado pelo órgão ambiental;

II - sejam atendidos os padrões de emissões estabelecidas na legislação ambiental vigente. Na falta de algum padrão, deverá ser adotada a NB 1266, "Incineração de resíduos sólidos perigosos - Padrões de desempenho";

III - a concentração de PCB's no óleo deverá atender aos limites estabelecidos na NBR 8371 - "Ascaréis para transformador e capacitores - Procedimento".

Art. 8º Das obrigações dos produtores:

I - divulgar, no prazo máximo de 12 meses, a partir da data de publicação desta Resolução, em todas as embalagens de óleos lubrificantes produzidos ou importados, bem como em informes técnicos a destinação imposta pela lei e a forma de retorno dos óleos lubrificantes usados contaminados, recicláveis ou não;

II - ser responsável pela destinação final dos óleos usados não regeneráveis, originárias de pessoas físicas, através de sistemas de tratamento aprovados pelo órgão ambiental competente;

III - submeter ao IBAMA para prévia aprovação, o sistema de tratamento e destinação final dos óleos lubrificantes usados, após o uso recomendado, quando da introdução no mercado de novos produtos, nacionais ou importados.

Art. 9º Obrigações dos geradores de óleos usados:

I - armazenar os óleos usados de forma segura, em lugar acessível à coleta, em recipientes adequados e resistentes a vazamentos;

II - adotar as medidas necessárias para evitar que o óleo lubrificante usado venha a ser contaminado por produtos químicos, combustíveis, solventes e outras substâncias, salvo as decorrentes da sua normal utilização;

III - destinar o óleo usado ou contaminado regenerável para a recepção, coleta, rerrefino ou a outro meio de reciclagem, devidamente autorizado pelo órgão ambiental competente;

IV - fornecer informações aos coletores autorizados sobre os possíveis contaminantes adquiridos pelo óleo usado industrial, durante o seu uso normal;

V - alienar os óleos lubrificantes usados ou contaminados provenientes de atividades industriais exclusivamente aos coletores autorizados;

VI - manter os registros de compra de óleo lubrificante e alienação de óleo lubrificante usado ou contaminado disponíveis para fins fiscalizatórios, por dois anos, quando se tratar de pessoa jurídica com consumo de óleo for igual ou superior a 700 litros por ano;

VII - responsabilizar-se pela destinação final de óleos lubrificantes usados contaminados não regeneráveis, através de sistemas aprovados pelo órgão ambiental competente;

VIII - destinar o óleo usado não regenerável de acordo com a orientação do produtor, no caso de pessoa física.

Art. 10. Obrigações dos receptores de óleos usados:

I - alienar o óleo lubrificante contaminado ou regenerável exclusivamente para o coletor ou rerrefinador autorizado;

II - divulgar, em local visível ao consumidor a destinação disciplinada nesta Resolução, indicando a obrigatoriedade do retorno dos óleos lubrificantes usados e locais de recebimentos;

III - colocar, no prazo de 60 (sessenta) dias, a partir da publicação desta Resolução, à disposição de sua própria clientela, instalações ou sistemas, próprios ou de terceiros, para troca de óleos lubrificantes e armazenagem de óleos lubrificantes usados;

IV - reter e armazenar os óleos usados de forma segura, em lugar acessível à coleta, em recipientes adequados e resistentes a vazamentos, no caso de instalações próprias.

Art. 11. No caso dos postos de abastecimento de embarcações não se aplica a exigência de instalações de troca de óleo lubrificante, devendo o gerenciamento do óleo lubrificante usado atender a legislação específica.

Art. 12. Obrigações dos coletores de óleos usados:

I - recolher todo o óleo lubrificante usado ou contaminado regenerável, emitindo, a cada aquisição, para o gerador ou receptor, a competente Nota Fiscal, extraída nos moldes previstos pela Instrução Normativa nº 109/84 da Secretaria da Receita Federal

II - tomar medidas necessárias para evitar que o óleo lubrificante usado venha a ser contaminado por produtos químicos, combustíveis, solventes e outras substâncias;

III - alienar o óleo lubrificante usado ou contaminado regenerável coletado, exclusivamente ao meio de reciclagem autorizado, através de nota fiscal de sua emissão;

IV - manter atualizados os registros de aquisições e alienações, bem como cópias dos documentos legais a elas relativos, disponíveis para fins fiscalizatórios, por 2 anos;

V - responsabilizar-se pela destinação final de óleos lubrificantes usados ou contaminados não regeneráveis, quando coletados, através de sistemas aprovados pelo órgão ambiental competente;

VI - garantir que as atividades de manuseio, transporte e transbordo do óleo usado coletado sejam efetuadas em condições adequadas de segurança e por pessoal devidamente treinado, atendendo à legislação pertinente.

#### Art. 13. Obrigações dos rerrefinadores de óleos usados:

I - receber todo o óleo lubrificante usado ou contaminado regenerável, exclusivamente de coletor autorizado;

II - - manter atualizados os registros de aquisições e alienações, bem como cópias dos documentos legais a elas relativos, disponíveis para fins fiscalizatórios, por 2 anos;

III - responsabilizar-se pela destinação final de óleos lubrificantes usados ou contaminados não regeneráveis, através de sistemas aprovados pelo órgão ambiental competente;

VI - os óleos lubrificantes rerrefinados não devem conter compostos policlorados (PCB's) em teores superiores a 50 ppm.

Parágrafo único. Os óleos básicos procedentes do rerrefino não devem conter resíduos tóxicos ou perigosos, de acordo com a CB 155 e não conter policlorados (PCB's/PCB's) em concentração superior a 50 ppm (limite vigente para óleos aprovados pelo órgão ambiental competente).

Art. 14. Armazenagem de óleos lubrificantes usados ou contaminados: as unidades de armazenamento do óleo lubrificante usado devem ser construídas e mantidas de forma a evitar infiltrações, vazamentos e ataque pelo seu conteúdo e riscos associados, e quanto às condições de segurança no seu manuseio, carregamento e descarregamento, de acordo com as normas vigentes.

Art. 15. Embalagens e transporte de óleos lubrificantes usados ou contaminados: as embalagens destinadas ao armazenamento e transporte do óleo lubrificante usado devem ser construídas de forma a atender aos padrões estipulados pelas normas vigentes.

Art. 16. O CONAMA recomendará ao Ministério da Fazenda, à vista dos problemas ambientais descritos nos considerandos desta Resolução, que sejam realizados estudos no sentido de considerar não tributável a receita obtida com a alienação, nos moldes deste instrumento, do óleo lubrificante usado ou contaminado regenerável.

Art. 17. O não cumprimento ao disposto nesta Resolução acarretará aos infratores as sanções previstas na Lei 6.938, de 31 de agosto de 1981, e na sua regulamentação pelo Decreto 99.274, de 06 de junho de 1990.

Art. 18. Os óleos lubrificantes usados ou contaminados, reconhecidos como biodegradáveis, pelos processos convencionais de tratamento biológico, não são abrangidos por esta Resolução, quando não misturados aos óleos lubrificantes usados regeneráveis.

Parágrafo único. Caso o óleo usado biodegradável seja misturado ao óleo usado regenerável, a mistura será considerada como óleo usado não regenerável.

Art. 19. Esta Resolução entra em vigor na data de sua publicação.

#### **8.4 - Anexo D – Resolução nº. 7 – Agência Nacional do Petróleo (ANP)**

RESOLUÇÃO ANP Nº 7, DE 19.3.2008 - DOU 20.3.2008

O DIRETOR-GERAL da AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS – ANP, no uso de suas atribuições,

Considerando o disposto no inciso I, art. [8º](#) da Lei nº 9.478, de 6 de agosto de 1997, alterada pela Lei nº [11.097](#), de 13 de janeiro de 2005 e com base na Resolução de Diretoria nº 207, de 19 de março de 2008,

Considerando o interesse para o País em apresentar sucedâneos para o óleo diesel;

Considerando a Lei nº [11.097](#) de 13 de janeiro de 2005, que define o biodiesel como um combustível para uso em motores a combustão interna com ignição por compressão, renovável e biodegradável, derivado de óleos vegetais ou de gorduras animais, que possa substituir parcial ou totalmente o óleo diesel de origem fóssil;

Considerando as diretrizes emanadas pelo Conselho Nacional de Política Energética – CNPE, quanto à produção e ao percentual de biodiesel na mistura óleo diesel/biodiesel a ser comercializado; e

Considerando a necessidade de estabelecer as normas e especificações do combustível para proteger os consumidores, resolve:

Art. 1º Fica estabelecida no Regulamento Técnico ANP, parte integrante desta Resolução, a especificação do biodiesel a ser comercializado pelos diversos agentes econômicos autorizados em todo o território nacional.

Parágrafo único. O biodiesel deverá ser adicionado ao óleo diesel na proporção de 4%, em volume, a partir de 1º de julho de 2009.



(Nota)

Art. 2º Para efeitos desta Resolução, define-se:

I – biodiesel – B100 – combustível composto de alquil ésteres de ácidos graxos de cadeia longa, derivados de óleos vegetais ou de gorduras animais conforme a especificação contida no Regulamento Técnico, parte integrante desta Resolução;

II – mistura óleo diesel/biodiesel – BX – combustível comercial composto de (100-X)% em volume de óleo diesel, conforme especificação da ANP, e X% em volume do biodiesel, que deverá atender à regulamentação vigente;

III – mistura autorizada óleo diesel/biodiesel – combustível composto de biodiesel e óleo diesel em proporção definida quando da autorização concedida para uso experimental ou para uso específico conforme legislação específica;

IV – produtor de biodiesel – pessoa jurídica autorizada pela ANP para a produção de biodiesel;

V – distribuidor – pessoa jurídica autorizada pela ANP para o exercício da atividade de distribuição de combustíveis líquidos derivados de petróleo, álcool combustível, biodiesel, mistura óleo diesel/biodiesel especificada ou autorizada pela ANP e outros combustíveis automotivos;

VI – batelada – quantidade segregada de produto em um único tanque que possa ser caracterizada por um "Certificado da Qualidade".

Art. 3º O biodiesel só poderá ser comercializado pelos Produtores, Importadores e Exportadores de biodiesel, Distribuidores e Refinarias autorizadas pela ANP.

§ 1º Somente os Distribuidores e as Refinarias autorizados pela ANP poderão proceder mistura óleo diesel/biodiesel para efetivar sua comercialização.

§ 2º É vedada a comercialização do biodiesel diretamente de produtores, importadores ou exportadores a revendedores.

Art. 4º Os Produtores e Importadores de biodiesel deverão manter sob sua guarda, pelo prazo mínimo de 2 (dois) meses a contar da data da comercialização do produto, uma amostra-testemunha, de 1 (um) litro, referente à batelada do produto comercializado, armazenado em embalagem apropriada de 1 (um) litro de capacidade, fechada com batoque e tampa plástica com lacre, que deixe evidências em caso de violação, mantida em local protegido de luminosidade e acompanhada de Certificado da Qualidade.

§ 1º O Certificado da Qualidade deverá indicar a data de produção, as matérias-primas utilizadas para obtenção do biodiesel, suas respectivas proporções e observar todos os itens da especificação constante do Regulamento Técnico, bem como ser firmado pelo responsável técnico pelas análises laboratoriais efetivadas, com a indicação legível de seu nome e número da inscrição no órgão de classe.

§ 2º O produto somente poderá ser liberado para a comercialização após a sua certificação, com a emissão do respectivo Certificado da Qualidade, que deverá acompanhar o produto.

§ 3º Após a data de análise de controle de qualidade da amostra, constante do Certificado da Qualidade, se o produto não for comercializado no prazo máximo de 1 (um) mês, deverá ser novamente analisada a massa específica a 20°C. Caso a diferença encontrada com relação à massa específica a 20°C do Certificado da Qualidade seja inferior a 3,0 kg/m<sup>3</sup>, deverão ser novamente avaliadas o teor de água, o índice de acidez e a estabilidade à oxidação a 110°C. Caso a diferença seja superior a 3,0 kg/m<sup>3</sup>, deverá ser realizada a recertificação completa segundo esta Resolução.

§ 4º As análises constantes do Certificado da Qualidade só poderão ser realizadas em laboratório próprio do produtor ou contratado, os quais deverão ser cadastrados pela ANP conforme Resolução ANP nº [31](#) de 21 de outubro de 2008.

[\(Nota\)](#)

§ 5º (Revogado).

[\(Nota\)](#)

§ 6º No caso de certificação do biodiesel utilizando laboratório próprio e contratado, o Produtor deverá emitir Certificado da Qualidade único, agrupando todos os resultados que tenha recebido do laboratório cadastrado pela ANP. Esse Certificado deverá indicar o laboratório responsável por cada ensaio.

§ 7º A amostra-testemunha e seu Certificado da Qualidade deverão ficar à disposição da ANP para qualquer verificação julgada necessária, pelo prazo mínimo de 2 meses e 12 meses, respectivamente.

§ 8º Os Produtores deverão enviar à ANP, até o 15º (décimo quinto) dia do mês, os dados de qualidade constantes dos Certificados da Qualidade, emitidos no mês anterior, com a devida indicação do material graxo e álcool usados para a produção do biodiesel certificado.

§ 9º Os Produtores deverão enviar à ANP, até 15 (quinze) dias após o final de cada trimestre civil, os resultados de uma análise completa (considerando todas as características e métodos da especificação) de uma amostra do biodiesel comercializado no trimestre correspondente e, em caso de nesse período haver mudança de tipo de matéria-prima, o produtor deverá analisar um número de amostras correspondente ao número de tipos de matérias-primas utilizadas.

§ 10. Os dados de qualidade mencionados nos parágrafos oitavo e nono deste artigo deverão ser encaminhados, em formato eletrônico, seguindo os modelos disponíveis no sítio da ANP, para o endereço: [cerbiodiesel@anp.gov.br](mailto:cerbiodiesel@anp.gov.br).

§ 11. A ANP poderá cancelar o cadastro de laboratório indicado pelo Produtor, quando da detecção de não-conformidade quanto ao processo de certificação de biodiesel.

Art. 5º A documentação fiscal, referente às operações de comercialização e de transferência de biodiesel realizadas pelos Produtores e Importadores de biodiesel, deverá ser acompanhada de cópia legível do respectivo Certificado da Qualidade, atestando que o produto comercializado atende à especificação estabelecida no Regulamento Técnico.

Parágrafo único. No caso de cópia emitida eletronicamente, deverão estar indicados, na cópia, o nome e o número da inscrição no órgão de classe do responsável técnico pelas análises laboratoriais efetivadas.

Art. 6º A ANP poderá, a qualquer tempo, submeter os Produtores e Importadores de biodiesel, bem como os laboratórios contratados à inspeção técnica de qualidade sobre os procedimentos e equipamentos de medição que tenham impacto sobre a qualidade e a confiabilidade dos serviços de que trata esta Resolução, bem como coletar amostra de biodiesel para análise em laboratórios contratados.

§ 1º Esta inspeção técnica poderá ser executada diretamente pela ANP com apoio de entidade contratada ou órgão competente sobre os procedimentos e equipamentos de medição que tenham impacto na qualidade e confiabilidade das atividades de que trata esta Resolução.

§ 2º O produtor ou laboratório cadastrado na ANP ficará obrigado a apresentar documentação comprobatória das atividades envolvidas no controle de qualidade do biodiesel, caso seja solicitado.

Art. 7º É proibida adição ao biodiesel de: corante em qualquer etapa e quaisquer substâncias que alterem a qualidade do biodiesel na etapa de distribuição.

Art. 8º A adição de aditivos ao biodiesel na fase de produção deve ser informada no Certificado da Qualidade, cabendo classificar o tipo.

Art. 9º O não atendimento ao estabelecido na presente Resolução sujeita os infratores às sanções administrativas previstas na Lei nº [9.847](#), de 26 de outubro de 1999, alterada pela Lei nº [11.097](#), de 13 de janeiro de 2005, e no Decreto nº [2.953](#), de 28 de janeiro de 1999, sem prejuízo das penalidades de natureza civil e penal.

Art. 10. Os casos não contemplados nesta Resolução serão analisados pela Diretoria da ANP.

Art. 11. Fica concedido, aos produtores e importadores de biodiesel, o prazo máximo de até 30 de junho de 2008 para atendimento ao disposto no Regulamento

Técnico anexo a esta Resolução, período no qual poderão ainda atender à especificação constante da Resolução ANP nº [42](#), de 24 de novembro 2004.

Art. 12. Esta Resolução entra em vigor na data de sua publicação no Diário Oficial da União.

Art. 13. Fica revogada a Resolução ANP nº [42](#), de 24 de novembro 2004, observados os termos do art. 11 desta Resolução.

HAROLDO BORGES RODRIGUES LIMA

ANEXO

REGULAMENTO TÉCNICO ANP Nº 1/2008

### 1. Objetivo

Este Regulamento Técnico aplica-se ao biodiesel, de origem nacional ou importada, a ser comercializado em território nacional adicionado na proporção prevista na legislação aplicável ao óleo diesel conforme a especificação em vigor, e em misturas específicas autorizadas pela ANP.

### 2. Normas Aplicáveis

A determinação das características do biodiesel será feita mediante o emprego das normas da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), das normas internacionais "American Society for Testing and Materials" (ASTM), da

"International Organization for Standardization" (ISO) e do "Comité Européen de Normalisation" (CEN).

Os dados de incerteza, repetitividade e reprodutibilidade fornecidos nos métodos relacionados neste Regulamento devem ser usados somente como guia para aceitação das determinações em duplicata do ensaio e não devem ser considerados como tolerância aplicada aos limites especificados neste Regulamento.

A análise do produto deverá ser realizada em uma amostra representativa do mesmo obtida segundo métodos ABNT NBR 14883 – Petróleo e produtos de petróleo – Amostragem manual ou ASTM D 4057 – Prática para Amostragem de Petróleo e Produtos Líquidos de Petróleo (Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products) ou ISO 5555 (Animal and vegetable fats and oils – Sampling).

As características constantes da Tabela de Especificação deverão ser determinadas de acordo com a publicação mais recente dos seguintes métodos de ensaio:

### 2.1. Métodos ABNT

MÉTODO	TÍTULO
NBR 6294	Óleos lubrificantes e aditivos – Determinação de cinza sulfatada
NBR 7148	Petróleo e produtos de petróleo – Determinação da massa específica, densidade relativa e °API – Método do densímetro
NBR 10441	Produtos de petróleo – Líquidos transparentes e opacos – Determinação da viscosidade cinemática e cálculo da viscosidade dinâmica
NBR 14065	Destilados de petróleo e óleos viscosos – Determinação da massa específica e da densidade relativa pelo densímetro digital.
NBR 14359	Produtos de petróleo – Determinação da corrosividade – método da

	lâmina de cobre
NBR 14448	Produtos de petróleo – Determinação do índice de acidez pelo método de titulação potenciométrica
NBR 14598	Produtos de petróleo – Determinação do Ponto de Fulgor pelo aparelho de vaso fechado Pensky-Martens
NBR 14747	Óleo Diesel – Determinação do ponto de entupimento de filtro a frio
NBR 15341	Biodiesel – Determinação de glicerina livre em biodiesel de mamona por cromatografia em fase gasosa
NBR 15342	Biodiesel – Determinação de monoglicerídeos, diglicerídeos e ésteres totais em biodiesel de mamona por cromatografia em fase gasosa
NBR 15343	Biodiesel – Determinação da concentração de metanol e/ou etanol por cromatografia gasosa
NBR 15344	Biodiesel – Determinação de glicerina total e do teor de triglicerídeos em biodiesel de mamona
NBR 15553	Produtos derivados de óleos e gorduras – Ésteres metílicos/etílicos de ácidos graxos – Determinação dos teores de cálcio, magnésio, sódio, fósforo e potássio por espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICPOES)
NBR 15554	Produtos derivados de óleos e gorduras – Ésteres metílicos/etílicos de ácidos graxos – Determinação do teor de sódio por espectrometria de absorção atômica
NBR 15555	Produtos derivados de óleos e gorduras – Ésteres metílicos/etílicos de ácidos graxos – Determinação do teor de potássio por espectrometria de absorção atômica
NBR 15556	Produtos derivados de óleos e gorduras – Ésteres metílicos/etílicos de ácidos graxos – Determinação de sódio, potássio, magnésio e cálcio por espectrometria de absorção atômica

## 2.2. Métodos ASTM

MÉTODO	TÍTULO
ASTM D93	Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester
ASTM D130	Detection of Copper Corrosion from Petroleum Products by the Copper Strip Tarnish Test
ASTM D445	Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and the Calculation of Dynamic Viscosity)
ASTM D613	Cetane Number of Diesel Fuel Oil
ASTM D664	Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric Titration
ASTM D874	Sulfated Ash from Lubricating Oils and Additives
ASTM D1298	Density, Relative Density (Specific Gravity) or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer
ASTM D4052	Density and Relative Density of Liquids by Digital Density Meter
ASTM D4530	Determination of Carbon Residue (Micro Method)
ASTM D4951	Determination of Additive Elements in Lubricating Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry
ASTM D5453	Total Sulfur in Light Hydrocarbons, Motor Fuels and Oils by Ultraviolet Fluorescence
ASTM D6304	Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fisher Titration
ASTM D6371	Cold Filter Plugging Point of Diesel and Heating Fuels
ASTM D6584	Determination of Free and Total Glycerine in Biodiesel Methyl Esters by Gas Chromatography
ASTM D6890	Determination of Ignition Delay and Derived Cetane Number (DCN) of Diesel Fuel Oils by Combustion in a Constant Volume Chamber

### 2.3. Métodos EN/ ISO

MÉTODO	TÍTULO
EN 116	Determination of Cold Filter Plugging Point
EN ISO 2160	Petroleum Products – Corrosiveness to copper – Copper strip test



EN ISO 3104	Petroleum Products – Transparent and opaque liquids – Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity
EN ISO 3675	Crude petroleum and liquid petroleum products – Laboratory determination of density – Hydrometer method
EM ISO 3679	Determination of flash point – Rapid equilibrium closed cup method
EN ISO 3987	Petroleum Products – Lubricating oils and additives – Determination of sulfated ash
EN ISO 5165	Diesel fuels – Determination of the ignition quality of diesel fuels – Cetane engine
EN 10370	Petroleum Products – Determination of carbon residue – Micro Method
EN ISO 12185	Crude petroleum and liquid petroleum products. Oscillating U-tube
EN ISO 12662	Liquid Petroleum Products – Determination of contamination in middle distillates
EN ISO 12937	Petroleum Products – Determination of water – Coulometric Karl Fischer Titration
EN 14103	Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl esters (FAME) – Determination of ester and linolenic acid methyl ester contents
EN 14104	Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl esters (FAME) – Determination of acid value
EN 14105	Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl esters (FAME) – Determination of free and total glycerol and mono-, di- and triglyceride content – (Reference Method)
EN 14106	Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl esters (FAME) – Determination of free glycerol content
EN 14107	Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl esters (FAME) – Determination of phosphorous content by inductively coupled plasma (ICP) emission spectrometry
EN 14108	Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl esters (FAME) – Determination of sodium content by atomic absorption spectrometry
EN 14109	Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl esters (FAME) – Determination of potassium content by atomic absorption spectrometry

EN 14110	Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl esters (FAME) – Determination of methanol content
EN 14111	Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl esters (FAME) – Determination of iodine value
EN 14112	Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl esters (FAME) – Determination of oxidation stability (accelerated oxidation test)
EN 14538	Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl esters (FAME) – Determination of Ca, K, Mg and Na content by optical emission spectral analysis with inductively coupled plasma (ICP-OES)
EN ISO 20846	Petroleum Products – Determination of low sulfur content – Ultraviolet fluorescence method
EN ISO 20884	Petroleum Products – Determination of sulfur content of automotive fuels – Wavelength- dispersive X-ray fluorescence spectrometry

Tabela I: Especificação do Biodiesel

CARACTERÍSTICA	UNIDADE	LIMITE	MÉTODO		
			ABNT NBR	ASTM D	EN/ISO
Aspecto	-	LII (1)	-	-	-
Massa específica a 20° C	kg/m <sup>3</sup>	850-900	7148	1298	EN ISO 3675
			14065	4052	- EN ISO 12185
Viscosidade Cinemática a 40°C	mm <sup>2</sup> /s	3,0-6,0	10441	445	EN ISO 3104
Teor de Água, máx. (2)	mg/kg	500	-	6304	EN ISO 12937
Contaminação Total, máx.	mg/kg	24	-	-	EN ISO 12662

Ponto de fulgor, mín. (3)	°C	100,0	14598	93	EN ISO 3679
				-	
Teor de éster, mín	% massa	96,5	15342 (4) (5)	-	EN 14103
Resíduo de carbono (6)	% massa	0,050	-	4530	-
Cinzas sulfatadas, máx.	% massa	0,020	6294	874	EN ISO 3987
Enxofre total, máx.	mg/kg	50	-	5453	-
			-		EN ISO 20846
					EN ISO 20884
Sódio + Potássio, máx.	mg/kg	5	15554	-	EN 14108
			15555		EN 14109
			15553		EN 14538
			15556		
Cálcio + Magnésio, máx.	mg/kg	5	15553	-	EN 14538
			15556		
Fósforo, máx.	mg/kg	10	15553	4951	EN 14107
Corrosividade ao cobre, 3h a 50 °C, máx.	-	1	14359	130	EN ISO 2160
Número de Cetano (7)	-	Anotar	-	613	EN ISO 5165
				6890 (8)	
Ponto de entupimento de filtro a frio, máx.	°C	19 (9)	14747	6371	EN 116
Índice de acidez, máx.	mg KOH/g	0,50	14448	664	-
			-	-	EN 14104 (10)

Glicerol livre, máx.	% massa	0,02	15341 (5) - -	6584 (10) -	-  EN 14105 (10)  EN 14106 (10)
Glicerol total, máx.	% massa	0,25	15344 (5) -	6584 (10) -	-  EN 14105 (10)
Mono, di, triacilglicerol (7)	% massa	Anotar	15342 (5)  15344 (5)	6584 (10)	-  -  EN 14105 (10)
Metanol ou Etanol, máx.	% massa	0,20	15343	-	EN 14110
Índice de Iodo (7)	g/100g	Anotar	-	-	EN 14111
Estabilidade à oxidação a 110°C, mín.(2)	h	6	-	-	EN 14112 (10)

Nota:

(1) LII – Límpido e isento de impurezas com anotação da temperatura de ensaio.

(2) O limite indicado deve ser atendido na certificação do biodiesel pelo produtor ou importador.

(3) Quando a análise de ponto de fulgor resultar em valor superior a 130°C, fica dispensada a análise de teor de metanol ou etanol.

(4) O método ABNT NBR 15342 poderá ser utilizado para amostra oriunda de gordura animal.

(5) Para biodiesel oriundo de duas ou mais matérias-primas distintas das quais uma consiste de óleo de mamona:

a) teor de ésteres, mono-, diacilgliceróis: método ABNT NBR 15342;

b) glicerol livre: método ABNT NBR 15341;

c) glicerol total, triacilgliceróis: método ABNT NBR 15344;

d) metanol e/ou etanol: método ABNT NBR 15343.

(6) O resíduo deve ser avaliado em 100% da amostra.

(7) Estas características devem ser analisadas em conjunto com as demais constantes da tabela de especificação a cada trimestre civil. Os resultados devem ser enviados pelo produtor de biodiesel à ANP, tomando uma amostra do biodiesel comercializado no trimestre e, em caso de neste período haver mudança de tipo de matéria-prima, o produtor deverá analisar número de amostras correspondente ao número de tipos de matérias-primas utilizadas.

(8) Poderá ser utilizado como método alternativo o método ASTM D6890 para número de cetano.

(9) O limite máximo de 19°C é válido para as regiões Sul, Sudeste, Centro-Oeste e Bahia, devendo ser anotado para as demais regiões. O biodiesel poderá ser entregue com temperaturas superiores ao limite supramencionado, caso haja acordo entre as partes envolvidas. Os métodos de análise indicados não podem ser empregados para biodiesel oriundo apenas de mamona.

(10) Os métodos referenciados demandam validação para as matérias-primas não previstas no método e rota de produção etílica.

# **AVALIAÇÃO TOXICOLÓGICA DURANTE A BIODEGRADAÇÃO DE ÓLEOS E BIODIESEL**

---

**Orientador:** Ederio Dino Bidoia

---

**Aluno:** Ivo Shodji Tamada