sid.inpe.br/mtc-m19/2012/01.30.16.15-NTC

PROTOCOLO PARA COLETA DE MATERIAL PARTICULADO ATMOSFÉRICO

Tatiane Morais Ferreira
Maria Cristina Forti
Plinio Carlos Alvala

URL do documento original:
<http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3B9PGQL>

INPE
São José dos Campos
2012

PUBLICADO POR:

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE
Gabinete do Diretor (GB)
Serviço de Informação e Documentação (SID)
Caixa Postal 515 - CEP 12.245-970
São José dos Campos - SP - Brasil
Tel.:(012) 3208-6923/6921
Fax: (012) 3208-6919
E-mail: pubtc@sid.inpe.br

CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO INTELECTUAL DO INPE (RE/DIR-204):
Presidente:
Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID)
Membros:
Dr. Antonio Fernando Bertachini de Almeida Prado - Coordenação Engenharia e Tecnologia Espacial (ETE)
Drª Inez Staciarini Batista - Coordenação Ciências Espaciais e Atmosféricas (CEA)
Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação Observação da Terra (OBT)
Dr. Germano de Souza Kienbaum - Centro de Tecnologias Especiais (CTE)
Dr. Manoel Alonso Gan - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CPT)
Drª Maria do Carmo de Andrade Nono - Conselho de Pós-Graduação
Dr. Plínio Carlos Alvalá - Centro de Ciência do Sistema Terrestre (CST)
BIBLIOTECA DIGITAL:
Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação de Observação da Terra (OBT)
REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:
Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID)
Yolanda Ribeiro da Silva Souza - Serviço de Informação e Documentação (SID)
EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:
Vivéca Sant´Ana Lemos - Serviço de Informação e Documentação (SID)

sid.inpe.br/mtc-m19/2012/01.30.16.15-NTC

PROTOCOLO PARA COLETA DE MATERIAL PARTICULADO ATMOSFÉRICO

Tatiane Morais Ferreira
Maria Cristina Forti
Plinio Carlos Alvala

URL do documento original:
<http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3B9PGQL>

INPE
São José dos Campos
2012

RESUMO

Este protocolo foi elaborado com base em normas de referência a fim de orientar no procedimento para coleta e análises de material particulado inalável (MPI). Neste protocolo são descritos os procedimentos de coleta, obtenção da massa de material particulado e armazenamento das amostras. O sistema de coleta descrito trata-se de um amostrador dicotômico para pequeno volume ou minivol, desenhado para realizar coleta simultânea das modas grossa ($2,5 < \phi < 10$ μm) e fina ($\phi \leq 2,5$ μm) do MPI, utilizado no Laboratório de Aerossóis, Soluções Aquosas e Tecnologias (LAQUATEC), do Centro de Ciências do Sistema Terrestre (CCST), do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE).

ABSTRACT

This protocol was developed based on reference standards in order to guide the collection and analysis procedure of inhalable particulate matter. In it we describe the collecting procedures, the mass of particulate matter determination and sample storage. The described collection system is small volume or minivol dichotomous sampler design for simultaneous sampling the coarse ($2.5 < \phi < 10$ μm) and fine ($\phi \leq 2.5$ μm), currently being utilized in the Aerosol, Aqueous Solutions and Technologies Laboratory (LAQUATEC) from Earth Science System Center (CCST) of the National Institute for Space Research (INPE).

LISTA DE FIGURAS

Pág.

Figura 1 - Estrutura física do filtro fibroso de fibra de vidro (a) e filtro de membrana de policarbonato (b). 3

Figura 2 - Esquema do princípio de funcionamento do coletor dicotômico. 8

Figura 3 - Esquema do *Inlet* (a) e dimensões do ciclone e pastilha de pré-impactação (b)..... 9

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

CCST	Centro de Ciências do Sistema Terrestre
INPE	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
LAQUATEC	Laboratório de Aerossóis, Soluções Aquosas e Tecnologias
$MP_{\leq 2,5}$	Material Particulado Inalável Moda Fina
MPI	Material Particulado Inalável
ϕ	Diâmetro Aerodinâmico da Partícula
$MP_{2,5-10}$	Material Particulado Inalável Moda Grossa
PVC	Cloreto de Polivinila

SUMÁRIO

Pág.

1 INTRODUÇÃO 1
2 AMOSTRAGEM DE MATERIAL PARTICULADO INALÁVEL (MPI) 2
3 DETERMINAÇÃO DA MASSA E DA CONCENTRAÇÃO 5
4 MANIPULAÇÃO E ARMAZENAMENTO DAS AMOSTRAS 7
5 AMOSTRADOR DICOTÔMICO 8
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 11

1 INTRODUÇÃO

Atualmente há vários sistemas de amostragem disponíveis para a coleta de material particulado ou aerossóis. No entanto, é necessário definir quais equipamentos e método específico adequa-se melhor aos objetivos de cada trabalho. Este protocolo descreve os procedimentos e materiais utilizados para coleta do material particulado inalável (MPI) cujo diâmetro aerodinâmico (ϕ) das partículas é inferior a 10 µm separando-as em sua moda grossa ($2,5 < \phi < 10 \mu m$) e fina ($\phi < 2,5\ \mu m$), a partir de um amostrador dicotômico de pequeno volume. Este dispositivo é constituído basicamente por uma bomba à vácuo, um medidor de volume, um rotâmetro e um *inlet*, ou suporte para o porta filtro, com um ciclone e pastilha de pré-impactação desenhados especificamente para o corte do MPI. O material particulado é coletado em substratos ou filtros escolhidos de acordo com as características físico-químicas a serem determinadas nas partículas. O objetivo deste protocolo é orientar para que a amostragem de MPI seja feita de forma eficiente, evitando erros e contaminações durante as manipulações e tratamentos.

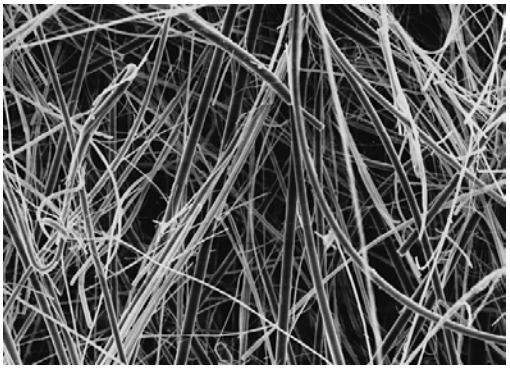
2 AMOSTRAGEM DE MATERIAL PARTICULADO INALÁVEL (MPI)

A maioria dos amostradores de aerossol requer o uso de um substrato ou filtros para que as partículas possam ser coletadas e analisadas. Atualmente, há grande variedade de filtros com diferentes características físicas e químicas, sendo cada tipo apropriado para determinado método analítico. Portanto, determinar a faixa de tamanho das partículas a serem monitoradas e, principalmente, o método analítico a ser empregado é primordial visto que estes indicarão o tipo de filtro compatível para análises específicas (VICENT, 2007).

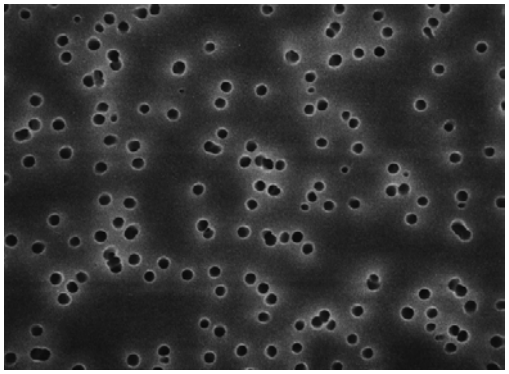
O filtro consiste de um meio poroso que é capaz de reter partículas do ar para que, posteriormente, possam ser analisadas seja morfologicamente (microscopia), gravimetricamente para determinação da massa (através de pesagem) ou analiticamente para determinação da composição química por diversas técnicas (VICENT, 2007). Desse modo, deve-se atentar na escolha do tipo de filtro a ser utilizado como substrato, visto que as características físico-químicas do substrato podem interferir nas análises e, consequentemente, nos resultados.

As duas categorias de filtros mais utilizados para amostragem de ar são definidas como filtros fibrosos e filtros de membrana (Figura 1). O primeiro consiste de fibras, por exemplo, de vidro ou quartzo. Estas fibras são estruturadas de tal forma que as partículas são depositadas por combinação de impactação, sedimentação gravitacional, interceptação, difusão e forças eletrostáticas durante a passagem do ar através dos elementos fibrosos, fluindo externamente em torno de cada uma das fibras. Já os filtros de membrana, são finas folhas, geralmente circular, caracterizadas em termos do tamanho do poro pelo qual o fluxo de ar passa internamente. O material dos filtros de membrana pode ser éster de celulose, náilon, cloreto de polivinil (PVC) ou teflon. Um filtro de membrana especial é o filtro Nucleopore®, cuja estrutura é diferente os poros são produzidos por perfurações efetuadas numa

folha contínua de policarbonato por processo de bombardeamento de nêutrons (VICENT, 2007) neste caso, o ar passa através de tubos cilíndricos retos.



a



b

Figura 1 - Estrutura física do filtro fibroso de fibra de vidro (a) e filtro de membrana de policarbonato (b).
Fonte: www.millipore.com (2011).

A escolha do tipo de filtro e material é fortemente dependente da aplicação e do método de análises. A diferença estrutural entre filtros fibrosos e filtros de membrana é um aspecto importante a ser considerado na escolha do filtro, para coleta de particulado atmosférico, pois está diretamente relacionada ao fluxo de ar que passa através do meio filtrante. Os conceitos que devem ser considerado são a capacidade do filtro em coletar e reter grande quantidade de material particulado e, sob este aspecto, os filtros de fibra de vidro têm sido a primeira escolha para tais aplicações. Por outro lado, se o interesse é estudar a morfologia das partículas, elas precisam ser coletadas sobre uma superfície plana e, neste caso, os filtros de membrana são mais recomendados. Entretanto, a superfície plana tem capacidade de carga de partículas reduzida, o que é uma desvantagem no que se refere ao acúmulo de partículas sobre a superfície e, consequentemente, o incremento na queda de pressão é maior do que para os filtros fibrosos (VICENT, 2007).

De modo geral, os filtros de amostragem consistem de emaranhados de fibras ou membranas porosas de diversa composição química e as características que devem ser consideradas para a escolha dos filtros são: eficiência de

amostragem de partícula, estabilidade mecânica, estabilidade química, estabilidade térmica, concentrações para o branco, resistência à pressão do fluxo e capacidade de carga, além do custo e disponibilidade (EPA/625/R-96/010a, Chapter IO-2, 1999).

3 DETERMINAÇÃO DA MASSA E DA CONCENTRAÇÃO

A determinação do valor mássico do material particulado coletado é feita através de método gravimétrico calculando-se a diferença entre o valor determinado para o filtro sem carga e com carga. As pesagens devem ser realizadas em ambiente adequado, principalmente no que se refere a condições de umidade e temperatura bem como ser efetuada em balança micro analítica com sistema de eliminação de carga acoplado e desenhado especificamente para essa finalidade. Entretanto, balanças analíticas de precisão podem ser utilizadas, no entanto ressalta-se que a sensibilidade do método fica comprometida dependendo do tipo da balança.

De acordo com a *Environmental Protection Agency* (EPA), as condições de equilíbrio do ambiente de pesagem devem ser: a) temperatura entre 20 e 23 ºC não podendo variar mais que ± 2ºC por 24 horas e b) umidade relativa deve estar entre 30 e 40%, e não variar mais que ± 5% em 24 horas. Cabe ressaltar, que ambas as pesagens (antes e após amostragem) devem ser efetuadas na mesma balança analítica e de preferência pelo mesmo analista (EPA, documento *on line*).

Antes das medições os filtros devem permanecer no dessecador com sílica gel a fim de evitar a hidratação da superfície dos mesmos e acondicionados no mesmo ambiente em que se encontra a balança, sob as condições estabelecidas por no mínimo 24 horas. Devem também ser neutralizados eletricamente antes das medições, por exemplo, pela exposição a íons a partir da fonte radioativa beta tal como Polônio 210 (EPA, documento *on line*). No Laboratório de Aerossóis, Soluções Aquosas e Tecnologias (LAQUATEC), a estática dos filtros é removida por um ionizador (marca Shimadzu). Cada filtro deve ser pesado por três vezes para obtenção do valor médio.

A pesagem dos filtros deve ser realizada num prazo de 30 dias antes do período de amostragem, e no máximo 10 dias após o término do período de amostragem, a menos que o filtro seja mantido a 4ºC (ou menos). Nesse caso, o período de pesagem não deve exceder 30 dias (EPA, documento *on line*).

Segundo orientações da EPA, a cada 10 medições o analista deve checar o "zero" da balança e pesar pelo menos um dos padrões de trabalho cujo valor não deve ser maior do que 3 µg. No final das medições, 10% dos filtros devem ser pesados novamente por um segundo analista e o valor não deve variar mais que 15 µg (EPA/625/R-96/010a, Method IO-3.1,1999).

A concentração do particulado atmosférico é expressa em µg m^{-3} e corrigida para temperatura e pressão. Para comparar a amostragem de gás coletados em diferentes regiões, a EPA especificou que todo volume de gás deve ser corrigido para as condições padrões de 25 ºC e 76 mm Hg. O cálculo para a correção do volume padrão pode ser visto em *Calculations for Standard Volume* (EPA/625/R-96/010a, Method IO-2.4, 1999).

O volume total de ar amostrado, corrigido para as condições padrão, é determinado a partir do fluxo medido e do período de amostragem. A partir desta medida, a concentração do material particulado é calculada como a massa de partículas coletada dividido pelo volume de ar obtido no período de amostragem (EPA/625/R-96/010a, Method IO-3.1,1999). A concentração em massa de MPI, expressa em µg m^{-3}, é determinada pela Equação 1.

$$MP = \frac{(P_f - P_i)x10^6}{vol} \qquad (1)$$

Onde:

MP= massa do material particulado (µg m^{-3});

P_i= peso inicial dos filtros (g);

P_f= peso final dos filtros pós amostragem (g);

10^6= conversão de grama (g) para micrograma (µg);

vol= volume total de ar amostrado (m^3).

4 MANIPULAÇÃO E ARMAZENAMENTO DAS AMOSTRAS

Após a coleta das amostras, deve-se tomar cuidado no transporte dos filtros para o laboratório a fim de evitar contaminação e perdas da amostra. Os filtros devem ser manipulados com luvas de vinyl (livres de pó) e com auxílio de pinças, sempre evitando o contato com a área amostrada. No caso da determinação de metais a pinça deve ser de material diferente (EPA/625/R-96/010a, Method IO-3.1,1999).

Os filtros devem ser armazenados em placas de petri limpas e devidamente identificadas. Para controle de qualidade das coletas, a cada 10 filtros amostrados prepara-se um filtro branco ou não amostrado, o qual é submetido as mesmas condições de manuseio e de transporte dos filtros a serem amostrados. Esses filtros são submetidos aos mesmos procedimentos analíticos e, posteriormente, os valores médios dessas determinações são subtraídos dos valores determinados nos filtros amostrados. As amostras não tratadas podem ser armazenadas em placas de petri, mantidas a temperatura ambiente e protegidas da luminosidade até serem analisadas, e estocadas por tempo indeterminado (EPA/625/R-96/010a, Method IO-3.1,1999). Todo material utilizado para a coleta de material particulado atmosférico deve previamente ser higienizado com solução detergente e ácido nítrico (0,001 molar) e, posteriormente, com água destilada e deionizada (MAENHAUT et al., 1993).

5 AMOSTRADOR DICOTÔMICO

O sistema de coleta para material particulado atmosférico utilizado no LAQUATEC é o amostrador "*Gent*" - *Stacked Filter Unit* (SFU) de pequeno volume do tipo dicotômico com o qual é possível coletar separadamente as modas grossa ($MP_{2,5-10}$) e fina ($MP_{\leq 2,5}$) do MPI através de membranas filtrantes (HOPKE et al., 1997).

Este sistema é composto basicamente por um *inlet* de cloreto de polivinila (PVC), onde se introduz um porta filtro de polietileno com dois estágios para filtros de 47 mm de diâmetro (*Stacked Unit Filter*), por uma bomba de vácuo que aspira o ar atmosférico, por um medidor de gás que fornece o volume total de ar amostrado e por um rotâmetro cuja função é manter o fluxo constante entre 15 e 16 L min^{-1} (Figura 2).

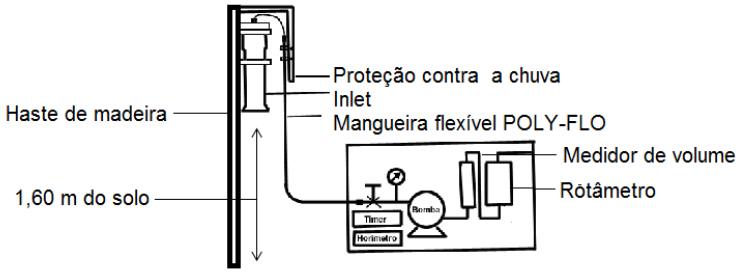
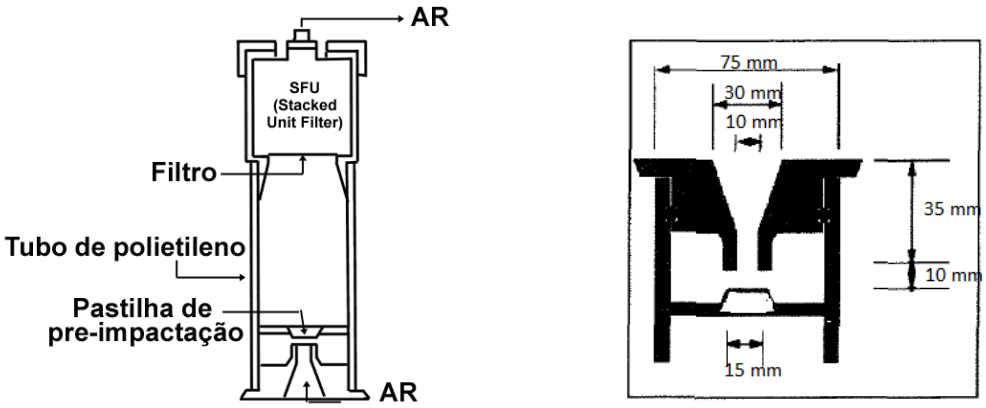


Figura 2 - Esquema do princípio de funcionamento do coletor dicotômico.
Fonte: Adaptado de Hopke et al. (1997).

A seleção do tamanho das partículas está relacionada com o fluxo de ar e pelo formato do ciclone e pastilha de pré-impactação no interior do *inlet* (Figura 3). O princípio consiste na aspiração do ar através do *inlet* projetado para selecionar as partículas através de suas propriedades aerodinâmicas. No fluxo entre 15 e 16 L min^{-1} apenas as partículas com diâmetro aerodinâmico inferior a 10 µm são desviadas para o interior do *inlet* através de um ciclone cuja base há uma pastilha de pré-impactação. Esta pastilha deve ser coberta com vaselina®

para que as partículas maiores possam ser retidas caso sejam desviadas para o interior do sistema devido alguma variação na velocidade do fluído. A separação das duas frações das partículas ocorre por meio de impactação e filtração nas frações grossa ($MP_{2,5-10}$ µm) e fina ($MP_{\leq 2,5}$ µm) através do filtro grosso e fino, respectivamente. A duração do período de amostragem pode variar dependendo do objetivo do estudo e da quantidade de particulado do ambiente (HOPKE et al., 1997; MAENHAUT et al., 1993).



a b

Figura 3 - Esquema do *Inlet* (a) e dimensões do ciclone e pastilha de pré-impactação (b).

Fonte: Adaptado de Hopke et al. (1997).

O equipamento de coleta deve ser instalado numa área distante de obstáculos que possa interferir na circulação de massas de ar, a cerca de 1,60 metros do solo, e mantido num sistema sob proteção contra a chuva.

Como mencionado anteriormente, o sistema de amostragem de material particulado necessita de filtros e, portanto, o propósito do filtro no sistema de amostragem é coletar de forma eficiente as partículas atmosféricas. Para tal, o filtro deve ser colocado o mais próximo possível da cabeça de amostragem a fim de minimizar perdas, e ser montado num porta-filtro (*holder*) que tenha boa vedação com o corpo do sistema de coleta de tal forma que todo o ar que for aspirado passe através do filtro (VICENT, 2007). Os filtros devem ser colocados no suporte com o lado brilhante para cima e, portanto, de frente para a entrada de ar, estando no primeiro e segundo estágio do porta-filtro o filtro

grosso e filtro fino, respectivamente (MAENHAUT et al., 1993). Cabe ressaltar que todas as conexões utilizadas no sistema de amostragem devem ser envolvidas com fita veda rosca a fim de evitar perdas de ar.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

HOPKE, P. K. et al. Characterization of the Gent Stacked Filter Unit PM10 Sampler. **Aerosol Science and Technology,** 27: 6, p. 726-735, 1997.

MAENHAUT, W., FRANÇOIS, F., CAFMEYER, j. The "Gent" Stacked Filter Unit (SFU) Sampler for the Collection of Atmospheric Aerosols in two size fractions: Description and Instructions for Installation and Use. **NAHRES-19 International Atomic Energy Agency**, Vienna, p. 249-263, 1993.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (U.S.EPA). **Calculations for Standard Volume**. Compendium of Methods for Determination of Inorganic Compounds In Ambient Air. In: Compendium Method IO-2.4. Cincinnat, OH, Center for Environmental Research Information, Office of Research and Development, 1999, (EPA/625/R-96/010a).

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (U.S.EPA). **Filter Conditioning and Weighing Facilities and Procedures for PM2,5 Reference and Class I Equivalente Methods,** p. 1-4. Disponível em: www.epa.gov/ttn/amtic/files/ambient/pm25/qa/balance.pdf. Acesso em: 01/10/2011.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (U.S.EPA). **Integrated Sampling of Suspended Particulate Matter (SPM) in Ambient Air- Overview**. Compendium of Methods for Determination of Inorganic Compounds. In: Ambient Air - Chapter IO2 - Cincinnat, OH, Center for Environmental Research Information, Office of Research and Development, 1999, (EPA/625/R-96/010a).

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (U.S.EPA). **Selection, Preparation and Extraction of Filter Material**. Compendium of Methods for Determination of Inorganic Compounds In Ambient Air-Compendium. In: Method IO-3.1. Cincinnat, OH, Center for Environmental Research Information, Office of Research and Development, 1999, (EPA/625/R-96/010a).

VICENT, J H. **Pumps and Paraphernalia**. In:_____(Ed). Aerosol Sampling: Science, Standards, Instrumentation and Applications. Jonh Wiley & Sons Ltd., cap. 21, p. 519-535, 2007.