



ENERGÉTICA IND.E COM. LTDA.
Rua Gravataí, 99 – Rocha
CEP 20975-030 Rio de Janeiro – RJ
CNPJ 29.341.583/0001-04 – IE 82.846.190
Fone: (0xx21) 2501-1998; Fax: (0xx21) 2241-1354
www.energetica.ind.br

SELEÇÃO, PREPARAÇÃO E ANÁLISES DE FILTROS PARA AGV PTS

INFORMATIVO TÉCNICO

ÍNDICE		
	PREFÁCIO	
1.0	SELEÇÃO E PREPARAÇÃO DE FILTROS	1.1
1.1	Características do Filtro	1.1
1.2	Manuseio dos Filtros	1.5
1.3	Inspeção Visual dos Filtros	1.5
1.4	Equilibração do Filtro	1.7
1.5	Pesagem Inicial (Tara)	1.7
1.6	Controle da Qualidade (CQ) Interno (Recomendações da US EPA)	1.8
1.7	Matriz de Atividades de Garantia da Qualidade (da US EPA)	1.12
2.0	ANÁLISES DE FILTROS COM COLETA	2.1
2.1	Documentação e Inspeção dos Filtros com Coleta	2.1
2.2	Equilibração do Filtro	2.2
2.3	Pesagem Final (Peso Bruto)	2.2
2.4	Cálculo da Carga Líquida de PTS no Filtro	2.2
2.5	Matriz de Atividades de Garantia da Qualidade (da US EPA)	2.4
3.0	REFERÊNCIAS	3.1
	APÊNDICE - CÂMARA DE EQUILIBRAÇÃO (ABNT - NBR 13412)	A.1

Responsável:

José Walderley Coêlho Dias

**Rio de Janeiro
20 de Fevereiro de 2007**

PREFÁCIO

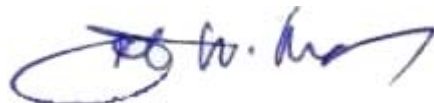
O objetivo deste informativo técnico é apresentar informações sobre filtros, bem como apresentar os procedimentos para manuseio e análises dos filtros utilizados em Amostradores de Grande Volume para Partículas Totais em Suspensão - AGV PTS.

O informativo está apresentado em quatro partes:

- Seleção e Preparação de Filtros (Parte 1.0)
- Análises de Filtros com Coletas (Parte 2.0)
- Referências (Parte 3.0)
- Câmara de Equilíbrio (Apêndice)

O texto contido neste informativo é uma compilação de várias seções contidas nos manuais do AGV PTS (ver Ref. 1 na Seção 3.0), enriquecida de vários procedimentos de garantia da qualidade da US EPA (ver Ref. 2 da Seção 3.0).

Rio de Janeiro, 20 de Fevereiro de 2007



José Walderley Coêlho Dias

1.0 SELEÇÃO E PREPARAÇÃO DE FILTROS

1.1 Características do Filtro

O tipo de filtro mais utilizado, há mais de 30 anos, na amostragem de partículas totais em suspensão é de fibra de vidro e conhecido como tipo “padrão”. A ENERGETICA oferece este tipo de filtro, identificado pela Ref. E55, com as seguintes características:

- Eficiência de mais de 99,9 % (teste do DOP - Ftalato de Dioctil para partículas de 0,3 μm)
- Baixa reação a material corrosivo
- Baixa higroscopia.
- Resistente a temperaturas de até 540 °C
- Resistente a tensões, não se rompendo facilmente com o manuseio.

Além dos filtros tipo “padrão”, que se prestam quase que exclusivamente para a determinação por processo gravimétrico das concentrações de partículas totais em suspensão, há filtros mais apurados, com baixo teor de contaminantes orgânicos e inorgânicos, para medidas de traços metálicos e não-metálicos, onde se requer análises químicas das amostras. Este tipo de filtro é conhecido como tipo “qualidade espectral”. A ENERGETICA oferece dois tipos de filtro com “qualidade espectral”: um de fibra de vidro, identificado pela Ref. E100, e outro de quartzo, identificado pela Ref. EQTZ.

Dados técnicos dos filtros de fibra de vidro E55 e E100 e do filtro de quartzo EQTZ, fornecidos pela ENERGETICA, podem ser vistos nas Tabelas 1.1 e 1.2.

Os filtros empregados nas coletas de partículas deveriam, de preferência, ter baixa alcalinidade superficial, a fim de evitar a absorção, durante a amostragem, de dióxido de enxofre na forma de partículas de sulfato. Experiências realizadas no EUA com filtros de fibra de vidro, em condições normais de amostragem, indicaram a possibilidade de erros da ordem de 0,3 a 3,0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ devido à deposição de sulfatos. O ideal então seria utilizar filtros com alcalinidade na faixa de pH de 6,5 a 7,5. Infelizmente, os filtros de fibra de vidro disponíveis comercialmente, inclusive o E55 e o E100, apresentam pH superior a 7,5. Entretanto, assim mesmo, são utilizados para a determinação de PTS, visto que a ABNT aceita filtros com pH na faixa de 6 a 10 (ver Ref. 3, Seção 3.0).

Na Tabela 1.3, o usuário poderá comparar os filtros de fibra de vidro e de quartzo oferecidos pela ENERGETICA com os filtros conhecidos da Gelman e ex-GMW).

Atenção: Todos os tipos de filtro oferecidos pela ENERGETICA satisfazem a exigências de normas de que só sejam empregados nas coletas de PTS filtros com eficiência de coleta > 99 % para partículas de 0,3 μm , conforme determinado pelo teste do DOP da ASTM-D2986.

Cabe salientar também que outros tipos de filtro, como, por exemplo, o de celulose, poderão ser utilizados no AGV PTS. De trato difícil, devido a sua alta higroscopia, o filtro de celulose torna-se, entretanto, imprescindível em certos tipos de amostragem, como é o caso das de ar com predominância de sílica, onde não se pode empregar filtros de fibra de vidro e de quartzo.

TABELA 1.1
DADOS TÉCNICOS DOS
FILTROS E55 E E100 (FIBRA DE VIDRO)

TIPOS DE FILTROS		
E55	Tipo padrão, utilizado principalmente para a determinação de partículas totais em suspensão no ar ambiente.	
E100	Tipo P.A., com baixo teor de contaminantes, utilizado também para a determinação da concentração de traços metálicos e certos orgânicos no ar ambiente	
CARACTERÍSTICAS GERAIS		
De fibra de vidro, com eficiência superior a 99,9 % na retenção de aerossóis de DOP (ftalato de dioctil) com diâmetro acima de 0,3 µm (teste ASTM-2986), baixíssima higroscopia, presença desprezível de material aglutinante e resistência a temperaturas de até 540 °C.		
CARACTERÍSTICAS ESPECÍFICAS		
Parâmetro	Tipo	
	E55	E100
Peso (g/m ²)	55	78
Espessura (mm)	0,22	0,32
Retenção de partículas:		
• Líquidas	1,6	1,8
• Tempo de escoamento d'água (s) (*)	23	18
• Eficiência DOP	99,9	99,9
• Perda de carga (mmH ₂ O/5cm/s)	42	32
* Tempo filtragem 1 litro d'água deionizada a 20 °C através filtro de 9,6 cm ² em vácuo 300 mm Hg		
TRAÇOS METÁLICOS (ppm)		
Elemento	Tipo	
	E55	E100
Ferro (Fe)	200	46
Níquel (Ni)	6,5	<1
Manganês (Mn)	10	0,5
Cromo (Cr)	16	<1
Chumbo Pb)	31	1
Zinco (Zn)	20.000	9,1
Cádmio (Cd)	1	0,1
Cobre (Cu)	4,5	2,6

TABELA 1.2

DADOS TÉCNICOS DO FILTRO DE QUARTZO EQTZ

GERAIS

O **EQTZ** é um filtro de alta pureza para a coleta e análise de quantidades minúsculas (traços) de partículas no ar ambiente, suportando altas temperaturas em fluxos gasosos. É feito de sílica (fibras de microquartzo) pura e fabricado em condições limpas.

O **EQTZ** é pré-tratado termicamente, assim reduzindo a traços seu teor de orgânicos e aumentando sua resistência à tensão.

O **EQTZ** tem um eficiência altíssima, superior a 99,9%, na retenção de aerossóis de DOP (ftalato de dioctil) com diâmetro acima de 0,3 μ m (teste ASTM-2986).

APLICAÇÕES

- Amostragem em chaminé (CIPA)
- Amostragem e monitoramento de aerossóis
- Análise espectrofotométrica por absorção atômica
- Análise espectrofotométrica por emissão de chama
- Fluorescência por raios-X e análise espectrográfica
- Pode ser usado em temperaturas de até 1400°C

RESULTADOS DE TESTES ANALÍTICOS

(Teores em microgramas/polegada ao quadrado)

NH ₄ ⁺	0,22 ± 0,07	Cr < 0,06	Ni < 0,06
SO ₃	0,10 ± 0,02	CO < 0,01	Sn < 0,12
SO ₄	0,37 ± 0,07	Cu < 0,12	V < 0,12
NO ₃	20	Pb < 0,025	Zn < 0,06
Cl-	0,12 ± 0,03	Mn < 0,12	Cd < 0,06
Be	<0,01	Mo < 0,1	As < 1,25

- pH na faixa de 6 a 7

DIMENSÕES DISPONÍVEIS

Retangular (AGV PTS)	254 X 203 mm
Disco (CIPA)	65 mm, 110 mm

- Espessura aproximada de 0,4 mm.

TABELA 1.3

DADOS COMPARATIVOS ENTRE
OS VÁRIOS TIPOS DE FILTRO

(Dados em µg/Folha de 8" x 10")

"Impurezas"	Fibra de Vidro					Quartzo
	Energética E55	G810	Gelman A	Energética E100	Gelman A/E	Energética EQTZ
Alumínio (Al)						<633
Antimônio (V)			30		20	<9,6
Arsênio (As)			30		20	<100
Bário (Ba)						
Berílio (Be)			1		1	<0,8
Bismuto (Bi)			10		10	
Cádmio (Cd)	3	3	5	0,4	2	<4,8
Cálcio (Ca)						<366
Chumbo (Pb)	88	88	20	4	10	<2,0
Cloro (Cl)						<9,6
Cromo (Cr)	45	45	10	<4	10	<4,8
Cobalto (Co)			10		10	<0,8
Cobre (Cu)	13	13	2	11	2	<9,6
Estanho (Sn)			10		10	<9,6
Ferro (Fe)	795	795	2300	185	100-1800	<63
Flúor (F)						
Manganês (Mn)	28	28	200	2	2	<9,6
Mercúrio (Hg)			100		80	
Molibdênio (Mo)			10		10	<13,6
Níquel (Ni)	18	18	10	<4	10	<4,8
Selênio (S)			5000		200	
Titânio (Ti)			170		10	
Vanádio (Vd)			10		10	
Zinco (Zn)	56800	56800	5000	37	90	<9,6
Peso folha	2,8 g	2,8 g	4 g	4,03 g	4 g	3,33 g

1.2 Manuseio dos Filtros

Os filtros podem ser quebradiços e sujeitos a rasgos e quebras. O pessoal de campo e do laboratório deve portanto estar ciente destas características e manuseá-los com cuidado.

Uma quantidade de filtros, suficiente para um período ≥ 3 meses para cada amostrador, deve ser numerada e pesada em um lote, um filtro de cada vez. Empilhe os filtros dentro de sua caixa de embalagem (ou uma caixa de igual tamanho), separando um do outro por uma folha de papel colorido de aproximadamente 21,5 x 28,0 cm de tamanho. Certifique-se de que os filtros fiquem empilhados em ordem numérica, de modo que o operador os use na seqüência certa. Um lado da caixa pode ser cortado, de tal forma que o operador possa retirar os filtros sem danificar seus cantos.

Cada filtro deve receber um número de série; por exemplo, 10001, 10002, 10003 e assim por diante. O número deve ser carimbado em dois cantos diagonalmente opostos do filtro, bem próximo da borda. Utilize o lado menos áspero do filtro para numerar. Tenha o máximo cuidado para não danificar o filtro. Caso não tenha um carimbo, utilize uma caneta esferográfica com ponta a mais grossa possível. Escreva com cuidado e de forma a deixar o número bem claro. Evite duplicação ou omissão de números.

Além dos filtros, o operador do amostrador no campo deve portar pastas e envelopes reforçados, para proteção dos filtros com coleta durante o envio (que pode ser por porte aéreo) para o laboratório. Estes envelopes, além da impressão para endereçamento num lado, poderá ter colado no verso o próprio formulário de campo para registro das amostragens (ver Figura 1.1).

1.3 Inspeção Visual dos Filtros

Todos os filtros devem ser inspecionados visualmente, antes de sua pesagem inicial, sendo rejeitados aqueles encontrados com defeitos. A inspeção deve, de preferência, ser feita contra uma fonte de luz plana (igual à usada em checagens de raios-X). Deve-se procurar principalmente pelos seguintes defeitos:

1. Furinhos--Um furo pequeno, aparecendo como um ponto de luz distinto e obviamente brilhante, quando examinado sobre uma mesa ou tela luminosa, ou como um ponto escuro, quando observado sobre uma superfície negra.
2. Material solto--Qualquer outro material solto ou partículas de poeira no filtro, que deva ser removido antes da pesagem do filtro. Utilize uma escova bem macia para a remoção.
3. Descoloração--Qualquer descoloração obviamente visível, que possa ser evidência de contaminação.
4. Não-uniformidade do filtro--Qualquer não-uniformidade obviamente visível na aparência do filtro, quando observada sobre uma mesa luminosa ou superfície negra, que possa indicar gradações da porosidade através da face do filtro.
5. Outros--Um filtro com qualquer imperfeição não descrita acima, tal como superfícies irregulares ou outros resultados de pobre fabricação.

FORMULÁRIO DE CAMPO DO AGV PTS	
Local.....	Data.....
Amostrador N°....	Última calibração do amostrador.....
Filtro N°.....	
ANOTAÇÕES DE CAMPO	
P_3 ou P_s mmHg	T_3 ou T_s °C K
P_p mm Hg	T_p °C K
Hora início amostragem.. (/ /)	Hora término amostragem (/ /)
Leitura inicial horâmetro...	Leitura final horâmetro.....
CÁLCULOS NO LABORATÓRIO	
Tempo decorrido de Amostragem (t)..... min	[onde t é a diferença entre as leituras final e inicial do horâmetro]
Volume nas condições padrão (V_p)..... m ³	[onde V_p é determinado pela integração vazão média \bar{Q}_p ao longo do temp (t)]
Peso inicial do filtro (M_i)..... g	
Peso final do filtro (M_f)..... g	
Peso líquido do material particulado PTS (M_l)..... g	[onde $M_l = M_f - M_i$]
Concentração de PTS no ar (PTS)..... µg/m ³	[onde $PTS = (M_l) (10^6) / V_p$]
CONDIÇÕES DURANTE A AMOSTRAGEM	
Amostrador devidamente calibrado para o local?.....	Sim Não
Timer e horâmetro funcionando bem?.....	Sim Não
Juntas do filtro e do motor em boas condições e apertadas?.....	Sim Não
Moto-aspirador e escovas em boas condições?.....	Sim Não
Pena do registrador traçando bem na carta?.....	Sim Não
A vazão se manteve entre 1,1 e 1,7 m ³ /min?.....	Sim Não
Enumere quaisquer condições incomuns durante a amostragem (caso tenha havido): _____ _____	
RESPONSÁVEIS	
Executor (nome e assinatura).....	:
Supervisor.....	
Local.....	
Data.....	

Figura 1.1 Exemplo de Folha de Campo da Amostragem

1.4 Equilibração do Filtro

Os filtros devem ser equilibrados num ambiente condicionado, por pelo menos 24 horas, antes de serem pesados. Neste ambiente, a umidade relativa (UR) deve ser mantida constante em torno de um valor médio abaixo de 50 %, com uma variação de não mais que ± 5 % durante todo o tempo de condicionamento. O ideal seria que a umidade permanecesse em torno de 40 %. Já a temperatura, deve ser mantida constante em torno de um valor médio entre 15 e 30 °C, com uma variação de não mais que ± 3 °C. A UR e a temperatura devem ser checadas e registradas nos dias de equilíbrio (manualmente ou com um termohigrógrafo), assegurando-se assim a conformação com as diretrizes acima.

No Apêndice, repete-se a descrição da ABNT (Ref. 4 da Seção 3) para uma câmara de condicionamento e pesagem. Na câmara descrita, atente-se para a existência, dentro da câmara, de uma balança analítica, de um higrômetro, de um termômetro e de um recipiente com sílica-gel.

Caso não possua uma câmara de equilíbrio (condicionamento e pesagem), o usuário pode usar uma sala com ar-condicionado para equilíbrio, contanto que possa ser mantida, durante a equilíbrio, nas faixas exigidas para a UR e a temperatura. Da mesma forma, deve-se manter um termômetro e um higrômetro na sala.

Defeitos na câmara de equilíbrio, discrepâncias e atividades de manutenção devem ser registrados num livro mantido no laboratório, que inclua anotações sobre a câmara de equilíbrio.

1.5 Pesagem Inicial (Tara)

Deve-se numerar e pesar, ao mesmo tempo, um lote de filtros que seja suficiente para pelo menos três meses de amostragem.

Os filtros devem ser pesados numa balança analítica com resolução de pelo menos 0,1 mg e precisão de 0,5 mg. Cada balança usada nos procedimentos de pesagem deve ser identificada por um número. Cada balança deve receber um bloco de números de identificação de filtros, para uso seqüencial. São os seguintes os procedimentos:

1. Certifique-se de que a balança foi calibrada (pelo menos anualmente) e mantida de acordo com as recomendações do fabricante. Caso a balança esteja descalibrada, providencie a recalibração, seguindo as instruções do fabricante.
2. Zere a balança de acordo com as instruções do fabricante.
3. Realize uma verificação CQ (controle da qualidade) com “pesos padrão” da balança analítica. Os procedimentos de CQ são apresentados na próxima subseção.
4. Caso os filtros sejam pesados fora da câmara condicionada, tome cuidado para evitar interferência com as partículas higroscópicas do ambiente, e inicie o procedimento de pesagem dentro de 30 segundos. Pese o filtro de acordo com as instruções do fabricante, assegurando-se de que esteja obtendo uma leitura estável. Em intervalos de rotina, verifique o zero e a calibração da balança, conforme instrução na próxima subseção.

Nota: Tome cuidado ao carregar e descarregar a balança com o filtro. Os cantos e bordas do filtro não devem bater na porta da balança.

5. Coloque o filtro tarado, com seu número de identificação para cima, em seu recipiente original ou numa caixa de tamanho comparável. Coloque uma folha de papel colorido, indicador, com 21,5 x 28,0 cm, entre cada filtro.
6. Anote o número da balança, o número de identificação do filtro e a tara (peso inicial do filtro) numa folha de controle das pesagens tal como a mostrada na Figura 1.2. Quando encadernadas, estas folhas servem como livro de anotações das pesagens no laboratório. Qualquer peso de filtro fora da faixa de 3,0 a 4,0 g deve ser investigado imediatamente. Numere seqüencialmente cada folha no seu canto superior direito. O número de identificação e a tara (peso inicial) do filtro são também anotados na folha de campo (Figura 1.1) e na folha de registro geral das amostragens (ver Figura 1.3 com exemplo), mantida no laboratório.
7. Realize verificações da qualidade (CQ) da tara e do peso bruto, conforme detalhado na próxima subseção, e submeta todos os dados à verificação do supervisor de CQ.

1.6 Controle da Qualidade (CQ) Interno (Recomendações da US EPA)

As seguintes verificações de CQ são recomendadas durante o processo de pesagem do filtro. Todos os dados de CQ, incluindo os pesos reais e medidos, a data e as iniciais do operador, devem ser anotados no Livro de Controle da Qualidade Interno (ver Figura 1.4).

Verificação com Pesos Padrão - Antes de se pesar o primeiro filtro, a balança deve ser verificada com um conjunto de pesos padrão entre 3 e 5 g. Valores reais e medidos que difiram entre si em mais de $\pm 0,5$ mg devem ser reportados ao supervisor antes de se prosseguir. Por outro lado, caso os pesos reais e medidos concordem dentro de $\pm 0,5$ mg, cada filtro deve ser pesado com aproximação de 0,1 mg.

Verificação do Zero e da Calibração - Após cada 5 a 10 pesagens, o operador deve reverificar o zero da balança e anotar estes valores de verificação no Livro de Controle da Qualidade Interno (Figura 1.4). São aceitáveis as verificações CQ do zero dentro de $\pm 0,5$ mg do zero verdadeiro. Por sua vez, a calibração da balança deve ser verificada pelo menos diariamente e possivelmente a cada 15 filtros, a menos que os registros do laboratório indiquem que a balança permanece estável por períodos maiores de tempo. Deve ser usado um conjunto de “pesos padrão classe-S” (pode ser o mesmo conjunto usado na verificação com “peso padrão” inicial) aos níveis de 1, 2 e 5 g. Estes pesos devem também concordar dentro de $\pm 0,5$ mg. Discrepâncias maiores devem ser corrigidas imediatamente. Quando as verificações do zero e da calibração excederem limites definitivos, todos os filtros previamente pesados devem ser reverificados.

Verificações da Tara e do Peso Bruto - A cada dia de operação, o operador deve repesar cinco a sete filtros com coleta (expostos) e limpos (não expostos) por balança. Os pesos dos filtros limpos devem estar dentro de $\pm 2,8$ mg dos valores originais; caso contrário, deve-se proceder com a identificação de problemas (troubleshooting) e repesagem. Por causa da perda de componentes voláteis, nenhum limite definitivo é estabelecido para os filtros já expostos, com coleta; contudo, caso a diferença exceda $\pm 5,0$ mg, o supervisor de CQ do laboratório deve iniciar uma investigação imediatamente.

Obrigações do Supervisor de CQ - O supervisor deve ter e manter um livro de anotações encadernado. Estes livros devem conter todos os dados de CQ, incluindo as informações sobre as calibrações e manutenção da balança, as verificações de CQ de rotina interna e as auditorias independentes. Gráficos de controle devem ser mantidos em cada balança e também anexados no livro de controle. Estes gráficos indicarão qualquer desvio em excesso causado por um defeito de instrumento. O supervisor de CQ deve, diariamente, certificar-se da aceitabilidade de todas as pesagens de filtros e dos dados de CQ anotados.

1.7 Matriz de Atividades de Garantia da Qualidade (da US EPA)

Uma matriz de atividades de garantia da qualidade para a seleção e preparação de filtros é apresentada na Tabela 1.4.

Tabela 1.4 Matriz de Atividades de Garantia da Qualidade para a Seleção e Preparação de Filtros

Atividade	Limites de Aceitação	Frequência e Métodos de Medição	Ação, caso requisitos não sejam satisfeitos
Seleção e eficiência de coleta	Eficiência de > 99% de coleta de partículas com diâmetro de até 0,3 μm	Comprovação do fabricante dos testes de DOP ASTM-D2987-71	Rejeite o embarque ou mande de volta para o fornecedor
Integridade	Nenhum furo, rasgo, dobra etc.	Verificação visual, contra uma luz, de cada filtro	Descarte o filtro
Identificação	Número de identificação conforme as especificações	Verificação visual de cada filtro	Identifique adequadamente ou descarte o filtro
Equilibração	Equilibração em ambiente controlado por ≥ 24 h; câmara de umidade constante com UR de < 50% constante dentro de $\pm 5\%$; temperatura entre 15° e 30°C com variação menor que $\pm 3^\circ\text{C}$	As condições da sala ou da câmara e o período de equilibração são observados para cada amostra	Repita a equilibração
Procedimento de pesagem	Peso do filtro determinado com aproximação de 0,1 mg dentro de 30 s após retirada da câmara de equilibração	Observação do procedimento de pesagem	Pese novamente após reequilibração
Manuseio	Filtro em pasta protetora; envelopes sem defeitos	Verificação visual de cada filtro	Substitua com filtros sem defeitos; descarte filtros com defeitos

2.0 ANÁLISES DE FILTROS COM COLETA

2.1 Documentação e Inspeção dos Filtros com Coleta

Ao receber uma amostra (filtro com coleta) do campo, o responsável pela guarda das amostras deve obedecer o seguinte procedimento:

1. Examine a folha de campo. Determine se todos os dados necessários para verificar a validade das amostras e para calcular a concentração mássica estão disponíveis (isto é, temperatura ambiente, pressão barométrica no local e tempo decorrido de amostragem). Anule a amostra caso estejam faltando dados ou estes não tenham sido entregues pelo operador de campo, ou haja evidência de defeito no amostrador.
2. Caso o filtro com coleta tenha sido acondicionado para remessa, remova o filtro de seus sacos de plástico e envelopes protetores e examine estes invólucros. Caso tenha havido desprendimento de material do filtro, recupere-o, tanto quanto possível, dos invólucros para a área de depósito do filtro, usando para isso uma escova de cerda bem macia.
3. Compare o número de identificação do filtro com o correto formulário de dados de laboratório (Figura 1.2), no qual o número de identificação da balança, o número de identificação do filtro, a tara do filtro e outras informações originais estão registrados. O encarregado pela guarda de filtros deve agrupar os filtros de acordo com os seus números de identificação registrados por balança. A separação inicial de filtros por número de identificação por balança reduz a probabilidade de um erro de pesagem que possa resultar do uso de diferentes balanças para as determinações de taras e de pesos brutos.
4. Remova o filtro - dobrado, caso não venha instalado num cassete - dos seus invólucros. Caso o filtro esteja alojado em seu cassete, afrouxe as porcas no topo e remova o filtro. Aperto demais das porcas pode fazer com que o filtro grude na junta do cassete. Com cuidado, remova-o pelos cantos extremos a fim de evitar danos. Inspeção os filtros e veja se não há danos surgidos durante a amostragem. Conduza uma verificação secundária da validade de uma amostra. Caso haja insetos incrustados no depósito de amostra, remova-os com pinças com pontas de PTFE, mexendo o menos possível no depósito de amostra. Caso observe mais de 10 insetos, leve a amostra ao conhecimento do supervisor, para que seja tomada uma decisão quanto à aceitação ou rejeição do filtro antes de sua análise.
5. Coloque os filtros sem defeitos em invólucros protetores (saco de plástico e envelope de papel reforçado) e os encaminhe para pesagem e análise no laboratório. Arquive as folhas de dados, para cálculos posteriores da concentração mássica.
6. Coloque os filtros defeituosos, com a relação dos defeitos ocorridos, em invólucros limpos e separados, etiquete os invólucros e entregue-os ao supervisor do laboratório para aprovação final ou não da validade do filtro.

2.2 Equilibração do Filtro

Os filtros com coleta devem ser equilibrados e pesados da mesma forma que os filtros sem coleta, ou seja, num ambiente de condicionamento por um período de 24 h. Para os filtros com coleta, caso se suspeite de umidade elevada, o período de condicionamento pode ser estendido de 24 para até 48 horas.

2.3 Pesagem Final (Peso Bruto)

1. Pese os filtros com coleta, na balança analítica, com aproximação de um décimo de miligrama (0,1 mg). Veja, para orientação, os Passos 1 a 6 do procedimento de pesagem da tara (Subseção 1.5). Nota: Os filtros com coleta são normalmente pesados dobrados, com a coleta para dentro.
2. Caso possível, pese os filtros com a balança dentro da câmara condicionada. Caso contrário, certifique-se de que a balança esteja tão próxima quanto possível da câmara condicionada, onde esteja relativamente livre de correntes de ar e onde esteja à ou próxima à temperatura da câmara. A pesagem deve ser efetuada não mais de 30 s após a retirada dos filtros de dentro da câmara condicionada.
3. Realize as verificações de CQ das pesagens conforme a Subseção 1.6, a fim de se assegurar da validade das pesagens.
4. Anote o peso bruto do filtro na Folha de Controle das Pesagens (Figura 1.2) e na Folha de Campo da Amostragem. Na Figura 2.1 mostra-se a folha de campo com o peso bruto anotado.
5. Caso o filtro de PTS não tenha que ir para análises adicionais, coloque-o num saco de plástico e este, por sua vez, dentro de uma pasta de arquivo ou num envelope protetor. Entregue os filtros pesados ao responsável pela guarda de filtros, para serem arquivados.
6. Por outro lado, caso o filtro tenha que ir para análises adicionais, coloque-o num saco de plástico e este, por sua vez, dentro de um envelope protetor. Certifique-se de que as análises adicionais exigidas estejam anotadas no envelope. Coloque um asterisco após a coluna do peso bruto na Folha de Registro das Amostras (Figura 1.3), para indicar que o filtro requer análises adicionais. Cuidadosamente remeta cada filtro envelopado para o responsável pela guarda de filtros, que o encaminhará para o laboratório responsável pelas análises adicionais.

2.4 Cálculo da Carga Líquida de PTS no Filtro

O peso bruto menos a tara do filtro de PTS é o peso líquido de PTS para aquele filtro. Cada cálculo deste processo deve ser independentemente validado. Ver os procedimentos de cálculo da concentração mássica no manual de operação do AGV PTS.

FORMULÁRIO DE CAMPO DO AGV PTS			
Local.....	<i>Estação B3 -Itaperuna</i>	Data.....	<i>15/04/98</i>
Amostrador N°....	<i>HVP-0298</i>	Última calibração do amostrador.....	<i>27/03/98</i>
Filtro N°.....	<i>10003</i>		
<u>ANOTAÇÕES DE CAMPO</u>			
P_3 ou P_s	<i>725</i> mmHg	T_3 ou T_s	<i>25</i> °C <i>298</i> K
P_p	<i>760</i> mm Hg	T_p	<i>25</i> °C <i>298</i> K
Hora início amostragem..	<i>00:00 (31/03/98)</i>	Hora término amostragem	<i>00:00 (01/04/987)</i>
Leitura inicial horômetro...	<i>00234,85</i>	Leitura final horômetro.....	<i>00258,85</i>
<u>CÁLCULOS NO LABORATÓRIO</u>			
Tempo decorrido de Amostragem (t).....	<i>1.440</i> min		
[onde t é a diferença entre as leituras final e inicial do horômetro]			
Volume nas condições padrão (V_p).....	_____ m ³		
[onde V_p é determinado pela integração vazão média \bar{Q}_p ao longo do temp (t)]			
Peso inicial do filtro (M_i).....	<i>3,1426</i> g		
Peso final do filtro (M_f).....	<i>3,3017</i> g		
Peso líquido do material particulado PTS (M_l).....	<i>0,1591</i> g		
[onde $M_l = M_f - M_i$]			
Concentração de PTS no ar (PTS).....	_____ µg/m ³		
[onde $PTS = (M_l) (10^6) / V_p$]			
<u>CONDIÇÕES DURANTE A AMOSTRAGEM</u>			
Amostrador devidamente calibrado para o local?.....	Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não _____
Timer e horômetro funcionando bem?.....	Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não _____
Juntas do filtro e do motor em boas condições e apertadas?.....	Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não _____
Moto-aspirador e escovas em boas condições?.....	Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não _____
Pena do registrador traçando bem na carta?.....	Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não _____
A vazão se manteve entre 1,1 e 1,7 m3/min?.....	Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não _____
Enumere quaisquer condições incomuns durante a amostragem (caso tenha havido):			
<i>nenhuma</i>			
RESPONSÁVEIS			
Executor (nome e assinatura).....	<i>Ricardo Dias</i> :		
Supervisor.....	<i>Paulo Ramos</i>		
Local.....	<i>Rio de Janeiro</i>		
Data.....	<i>15/04/98</i>		

Figura 2.1 Folha de Campo com Dados até Pesagem Final

2.5 Matriz de Atividades de Garantia da Qualidade (da US EPA)

Uma matriz, resumindo as principais atividades de garantia da qualidade para as análises das amostras, é apresentada na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 Matriz de Atividades de Garantia da Qualidade para as Análises das Amostras

Atividade	Limites de Aceitação	Frequência e Método de Medição	Ação, caso Exigências não sejam Atendidas
Verificação da documentação e inspeção da amostra	Documentação completa; nenhuma evidência de malfuncionamento ou perda de amostra; ≤ 10 insetos na amostra.	Verifique visualmente todas as amostras e a documentação.	Rejeite a amostra.
Equilibração dos filtros	Ambiente controlado para ≥ 24 h; UR < 50 % dentro de ± 5 %; temperatura constante, dentro de ± 3 °C, na faixa de 15 °C a 30 °C.	Para cada amostra, observe as condições da sala ou da câmara e o período de equilíbrio.	Repita a equilíbrio por 24 h, em condições adequadamente controladas.
Análises gravimétricas	Peso indicado obtido com aproximação de miligramas, dentro de 30 s após a retirada da câmara de equilíbrio.	Observe as pesagens dos filtros.	Reporte-se ao supervisor.

3.0 REFERÊNCIAS

1. José W. Dias. Manual de Operação do AGV PTS - Amostrador de Grande Volume para Partículas Totais em Suspensão. Energética; Rio de Janeiro; Rev. 03; 11/10/2004.
2. U.S. EPA. Quality Assurance Handbook for Air Pollution Measurements Systems, Volume II, Ambient Air Specific Methods. Section 2.2: Reference Method for the Determination of Suspended Particulates in the Atmosphere (High-Volume Method). U.S. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, North Carolina 27711, EPA-600/4-77-027a, Jan. 1983.
3. ABNT. Material Particulado em Suspensão no Ar Ambiente - Determinação da Concentração Total pelo Método do Amostrador de Grande Volume. NBR 9547, Set., 1997.
4. ABNT. Material Particulado em Suspensão na Atmosfera - Determinação da Concentração de Partículas Inaláveis pelo Método do Amostrador de Grande Volume Acoplado a um Separador Inercial de Partículas. NBR 13412, Jun., 1995.

APÊNDICE

CÂMARA DE EQUILIBRAÇÃO (ABNT - NBR 13412)

1.0 ESQUEMA

A ABNT recomenda que a câmara para condicionamento e pesagem dos filtros seja fabricada conforme o esquema da Figura H.1.

2.0 ESPECIFICAÇÕES

A câmara deve atender às seguintes especificações:

1. Suas arestas devem ser vedadas com silicone ou outro material que mantenha boa vedação.
2. Deve ser mantida aos níveis de umidade recomendados na Subseção 5.4 para condicionamento dos filtros. Para tanto, é necessário que a sílica-gel seja colocada na câmara pelo menos 12 horas antes da colocação dos filtros na câmara.
3. Deve conter um higrômetro para verificação da umidade.
4. Deve possuir duas aberturas frontais que possibilitem a introdução das mãos do operador para pesagem dos filtros.
5. Deve possuir porta lateral com 30 cm x 30 cm para introdução dos filtros.
6. Deve possuir uma par de luvas tipo utilizado em incubadora hospitalar, fixadas nas aberturas mencionadas na alínea 4, de forma a evitar o contacto direto do operador com o interior da câmara.

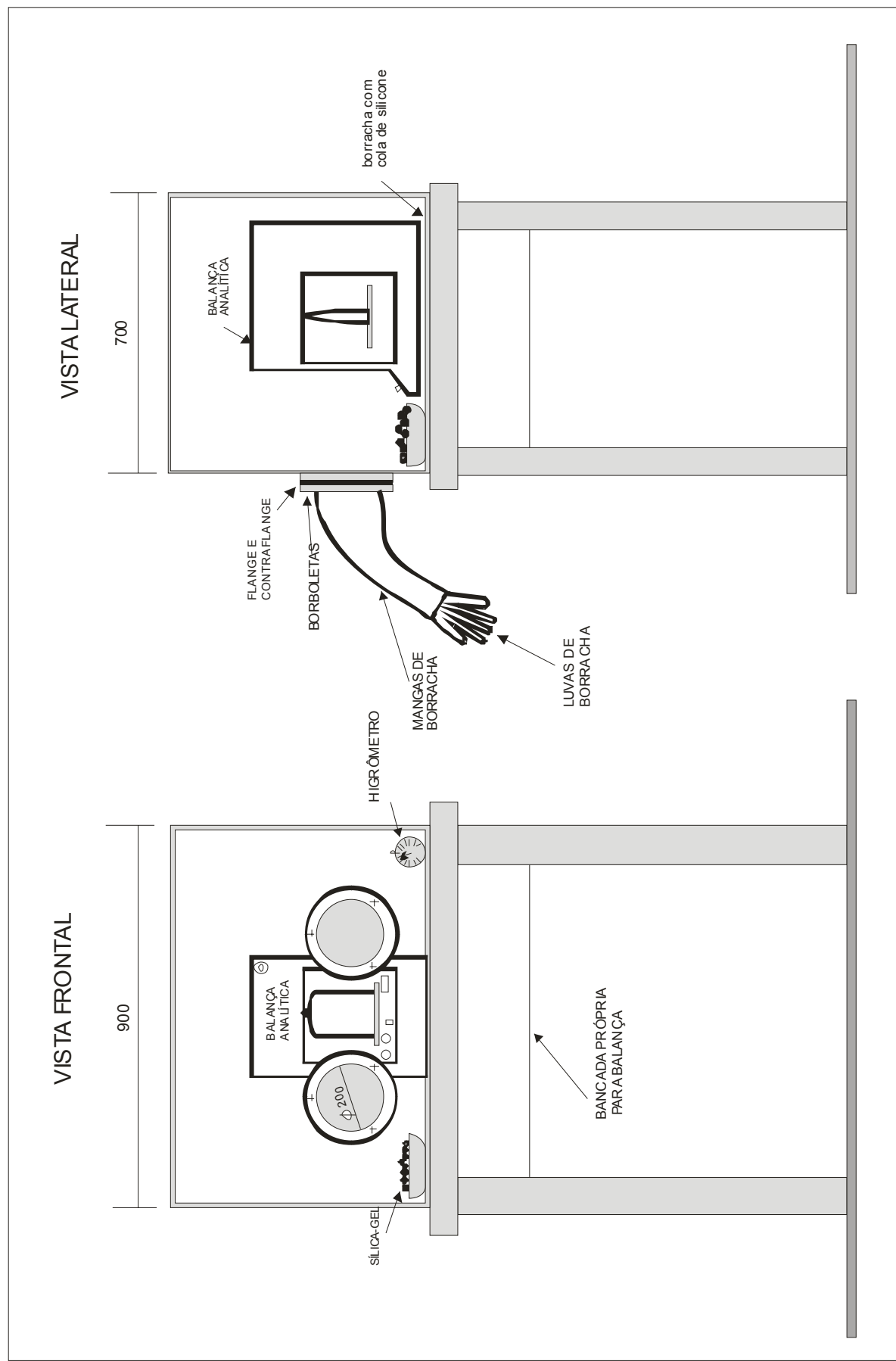


Figura H.1 Câmara para Condicionamento e Pesagem de Filtros