# UFSCar – UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

# Análise do desempenho de meios filtrantes na filtração de nanopartículas durante o aumento de sua queda de pressão

**DOUTORANDO:** BRUNO DE ARAÚJO LIMA **ORIENTADORA:** DRA. MONICA LOPES AGUIAR

TESE DE DOUTORADO

São Carlos

# UFSCar – UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

# Análise do desempenho de meios filtrantes na filtração de nanopartículas durante o aumento de sua queda de pressão

Bruno de Araújo Lima

Tese apresentada ao curso de Pós Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de São Carlos como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Engenharia Química, área de concentração de Controle Ambiental.

Orientador: Dra. Mônica Lopes Aguiar

São Carlos

2019

# de Araújo Lima, Bruno

Análise do desempenho de meios filtrantes na filtração de nanopartículas durante o aumento de sua queda de pressão / Bruno de Araújo Lima. -- 2019.

123 f.: 30 cm.

Tese (doutorado)-Universidade Federal de São Carlos, campus São Carlos, São Carlos

Orientador: Mônica Lopes Aguiar

Banca examinadora: Vádila Giovana Guerra Béttega, Rafael Sartim,

Eduardo Hiromitsu Tanabe, Wanderley Pereira Oliveira

Bibliografia

1. Filtração de nanopartículas. 2. Desempenho de meios filtrantes. 3. Filtração de ar. I. Orientador. II. Universidade Federal de São Carlos. III. Título.

Ficha catalográfica elaborada pelo Programa de Geração Automática da Secretaria Geral de Informática (SIn).

DADOS FORNECIDOS PELO(A) AUTOR(A)

Bibliotecário(a) Responsável: Ronildo Santos Prado - CRB/8 7325



# UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química

# Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Tese de Doutorado do candidato Bruno de Araújo Lima, realizada em 27/02/2019:

Prof. Dr. Eduardo Hiromitsu Tanabe
UFSM

Profa. Dra. Mônica Lopes Aguiar
UFSCar

Profa Ora. Vádila Giovana Guerra Béttega
UFSCar

Prof. Dr. Rafael Sartim
UFES

Certifico que a defesa realizou-se com a participação à distância do(s) membro(s) Eduardo Hiromitsu Tanabe e, depois das arguições e deliberações realizadas, o(s) participante(s) à distância está(ao) de acordo com o conteúdo do parecer da banca examinadora redigido neste relatório de defesa.

Profa. Dra. Mônica Lopes Aguiar

Sucesso é a caminhada e não a linha de chegada. (Kamau)

Dedico este trabalho aos meus pais, Jair e Maria Cristina por tornarem esse sonho possível.

### **AGRADECIMENTOS**

Agradeço toda a equipe de trabalho do Laboratório de Controle Ambiental do Departamento de Engenharia Química da UFSCar, especialmente a professora Mônica Lopes Aguiar pela orientação.

Agradeço a CNPq pelo financiamento do doutorado e a CAPES pelo financiamento do doutorado sanduíche, ambos os órgãos são responsáveis diretos por esse trabalho.

Agradeço também ao Laboratório de Teste de Filtros e Tecnologia de Aerossóis (LabFiltri) do Departamento de Energia do Politecnico di Torino. Agradeço aos técnicos do laboratório Gladis di Giusto e Silvano Caon pela ajuda interminável e ao professor Paolo Tronville pela orientação.

Por fim, agradeço a minha família, amigos e todos que contribuíram de alguma forma com este trabalho.

### **RESUMO**

O desempenho de meios filtrantes na filtração é o principal fator na escolha de um material que se adeque as exigências para um processo de filtração. Leva-se em consideração a eficiência de coleta, permeabilidade, queda de pressão entre outros fatores. O principal objetivo desse trabalho foi a análise do desempenho de alguns meios filtrantes na filtração de nanopartículas durante o aumento de sua queda de pressão através do carregamento com pó. Esse tema foi escolhido pois o desempenho do meio filtrante durante todo o seu uso, desde quando novo até sua queda de pressão máxima, é muito importante para determinação do tempo de vida útil e, consequentemente, na escolha do material adequado. No desenvolvimento do trabalho foram realizados: a qualificação dos equipamentos de testes de meios filtrantes no Laboratório de Controle Ambiental do DEQ/UFSCar e no Laboratório de Teste de Filtros e Tecnologia de Aerossóis do DENERG do Politecnico di Torino na Itália segundo o Comitê Europeu de Normalização (CEN/TC 195/WG 6), participação no desenvolvimento de um método padronizado de testes com nanopartículas em conjunto com outros laboratórios no mundo inteiro, com experimentos de filtração com diversos meios filtrantes no laboratório do Politecnico di Torino, também sob a supervisão do mesmo grupo de trabalho. Foram realizados diversos testes de eficiência de filtração com oito meios filtrantes diferentes, analisando partículas na faixa de 10 a 500 nm. A eficiência de coleta dos meios filtrantes decaiu do primeiro tamanho de partícula analisado até o MPPS (Most Penatrating Particle Size), onde começou a aumentar. A partir desses trabalhos realizados com os filtros virgens e perante a falta de estudos a cerca do desempenho de meios filtrantes na filtração de nanopartículas durante toda sua vida útil, foi realizada uma modificação no sistema de teste do Laboratório de Controle Ambiental do DEQ/UFSCar, conforme a ISO 16890:3, e foi analisado o desempenho de dois meios filtrantes desde a queda de pressão inicial até a queda de pressão máxima que poderia ser alcançada. Foi observado que a maior eficiência de filtração é alcançada para uma queda de pressão intermediária. A eficiência de coleta obtida para a queda de pressão máxima do meio filtrante foi menor que os valores obtidos com a queda de pressão inicial de cada meio filtrante.

**Palavras chave:** Desempenho de meios filtrantes; Filtração de nanopartículas; Filtração de ar; carregamento com pó.

### **ABSTRACT**

The performance of filter media in filtration is the main factor in choosing a material that meets the requirements for a filtration process. It takes into consideration the collection efficiency, permeability, pressure drop among other factors. The main objective of this work was the performance analysis of some filter media in the filtration of nanoparticles during the pressure drop increasing through loading with powder. This theme was chosen because the performance of the filter media throughout its use, from when new until its maximum pressure drop, is very important for determining the useful life and consequently the choice of suitable material. In the development of the work were carried out: the qualification of the equipment of tests of filter media in the Laboratory of Environmental Control of the DEQ/UFSCar and the Laboratory of Test of Filters and Technology of Aerosols of DENERG of Politecnico di Torino in Italy according to the European Committee of Normalization (CEN/TC 195/WG 6), participation in the development of a standardized method of testing nanoparticles in conjunction with other laboratories worldwide, with filtration experiments for various media at the Laboratory of the Politecnico di Torino, under the supervision of the same working group as well. Several filtration efficiency tests were performed with eight different filter media, analyzing particles in the range of 10 to 500 nm. The collection efficiency of the filter media decreased from the first analyzed particle size until the MPPS, where it began to increase. Based on these studies performed with the virgin filters and due to the lack of studies on the performance of filtration media in the filtration of nanoparticles during their entire useful life, a modification was made in the test system of the Environmental Control Laboratory of DEQ/UFSCar, in accordance with ISO 16890: 3, and it was analyzed the filtration performance of two filter media from their initial pressure drop to the maximum pressure drop that could be reached. It has been observed that the higher filtration efficiency is achieved for an intermediate pressure drop. The collection efficiency obtained for the maximum pressure drop of the filter media was lower than the values obtained with the initial pressure drop.

**Keywords:** Filter medium performance; Nanoparticles filtration; Air filtration; Filter clogging.

# LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Possíveis efeitos adversos à saúde associados com a inalação, ingestão e contato
com nanopartículas
Figura 2. Eficiência de coleta de partículas com diâmetro de 50 nm em relação a massa
depositada utilizando um meio filtrante com carga elétrica (EM) e aerossol carregado
uniporlamente (CP) e neutralizado (NP)
Figura 3. Diagrama do Sistema de teste de meios filtrantes
Figura 4. Ventilador de fornecimento (1) e ventilador de exaustão (2)
Figura 5. Câmara de pressão ou Plenum
Figura 6. Suporte de filtro com os grampos de fechamento
Figura 7. Válvulas elétricas responsáveis por alternar o ponto de amostragem de
partículas
Figura 8. Tubo em U com água
Figura 9. Gerador de partículas
Figura 10. Secador de ar por difusão
Figura 11. Aerosol neutralizer TSI
Figura 12. TSI NanoScan SMPS nanoparticle sizer
Figura 13. Diagrama de funcionamento do TSI NanoScan SMPS
Figura 14. Laser Aerosol Spectrometer Model 3340
Figura 15. Diagrama de funcionamento do Laser Aerosol Spectrometer Model 3340
Figura 16. Gerador de particulas TSI 3079
Figura 17. Sonicador SOLTEC SONICA usado
Figura 18. Distribuição de partículas usando 25 gotas de PSL para 80 ml de água
ultrapura
Figura 19. Comparação da eficiência do meio filtrante FA6900NW antes e depois da
descarga para a velocidade de filtração de 5 cm/s
Figura 20. Comparação da eficiência do meio filtrante FA6900NW antes e depois da
descarga para a velocidade de filtração de 10 cm/s
Figura 21. Comparação da eficiência do meio filtrante Technostat antes e depois da
descarga para a velocidade de filtração de 5 cm/s
Figura 22. Comparação da eficiência do meio filtrante Technostat antes e depois da
descarga para a velocidade de filtração de 10 cm/s
Figura 23. Neutralizador de Aerosol TSI 8113
Figura 24. Qualificação da neutralização para o meio filtrante FA6900NW para a
velocidade de 5 cm/s
Figura 25. Qualificação da neutralização para o meio filtrante Technostat para a
velocidade de 5 cm/s
Figura 26. Efeitos da neutralização no meio filtrante FA6900NW para a velocidade de 5
cm/s
Figura 27. Efeitos da neutralização no meio filtrante Technostat para a velocidade de 5
cm/s

F <b>igura 28.</b> Qualificação da neutralização utilizando o meio filtrante FA6900NW com
concentração de partículas reduzidas
Figura 29. Qualificação da neutralização utilizando o meio filtrante Technostat com
concentração de partículas reduzidas
Figura 30. Teste de tempo de resposta para partículas de 45 nm
Figura 31. Teste de tempo de resposta de retorno ao nível de fundo para partículas de
nm
Figura 32. Teste de tempo de resposta para partículas de 100 nm
Figura 33. Teste de tempo de resposta de retorno ao nível de fundo para partículas de 10
nm
Figura 34. Amostra do meio filtrante do tipo M5
Figura 35. Amostra do meio filtrante do tipo F7 carregado/descarregado
Figura 36. Amostra do meio filtrante do tipo F7 não carregado
Figura 37. Amostra do meio filtrante do tipo F9
Figura 38. Amostra do meio filtrante do tipo E11
Figura 39. Amostra do meio filtrante do tipo H13
Figura 40. Amostra do meio filtrante Wire Mesh
F <b>igura 41.</b> Eficiência para o meio filtrante Wire Mesh na faixa de tamanho de 10 a 500 n
para as velocidades de 5 e 10 cm/s
Figura 42. Eficiência para o meio filtrante M5 na faixa de tamanho de 10 a 500 nm para
velocidades de 5 e 10 cm/s
Figura 43. Eficiência para o meio filtrante F7 carregado na faixa de tamanho de 10 a 50
nm para as velocidades de 5 e 10 cm/s
F <b>igura 44.</b> Eficiência para o meio filtrante F7 descarregado na faixa de tamanho de 10
500 nm para as velocidades de 5 e 10 cm/s
F <b>igura 45.</b> Eficiência para o meio filtrante F7 não carregado na faixa de tamanho de 10
500 nm para as velocidades de 5 e 10 cm/s
Figura 46. Eficiência para o meio filtrante F9 na faixa de tamanho de 10 a 500 nm para
velocidades de 5 e 10 cm/s
F <b>igura 47.</b> Eficiência para o meio filtrante E11 na faixa de tamanho de 10 a 500 nm pa
as velocidades de 2 e 5 cm/s
Figura 48. Eficiência para o meio filtrante H13 na faixa de tamanho de 10 a 500 nm pa
as velocidades de 2 e 5 cm/s
Figura 49. Esquema de funcionamento do sistema de testes do Laboratório de Contro
ambiental do DEQ/UFSCar
Figura 50. Suporte de filtração utilizado no sistema de testes
Figura 51. Manômetro digital utilizado no sistema de testes
Figura 52. Medidor de temperatura e umidade utilizado no sistema de testes
Figura 53. Barômetro de Torricelli utilizado no sistema de testes
Figura 54. Rotâmetro utilizado no sistema de testes
Figura 55. Neutralizador de Kr-85 utilizado no sistema de testes
Figura 56. Neutralizador de Am-241 utilizado no sistema de testes
F <b>igura 57.</b> Teste de eficiência da neutralização
Figura 58. Gerador de partículas e secador por difusão utilizados no sistema de testes

Figura 59. Contador de partículas utilizado no sistema de testes
Figura 60. Seletor de diametro de partículas utilizado no sistema de testes
Figura 61. Pontos de amostragem a montante e a jusante ao meio filtrante
Figura 62. Esquema geral do alimentador de pó e suas dimensões críticas
Figura 63. Especificações do a) Tubo de coleta de poeira, b) Ejetor e c) Ejetor Venturi
Figura 64. Vista lateral do sistema de alimentação de pó
Figura 65. Vista do topo do sistema de alimentação de pó
Figura 66. Vista traseira do sistema de alimentação de pó
Figura 67. Plenum
Figura 68. Interior do plenum
Figura 69. Esquema de funcionamento do sistema de testes do Laboratório de Controle
ambiental do DEQ/UFSCar após a adaptação com o sistema de alimentação de pó
Figura 70. Meio filtrante de celulose recoberto com nanofibras
Figura 71. Meio filtrante do tipo E11 (a) e meio filtrante de nanofibras (b) aumentados en
1000x
Figura 72. Ajuste de operação do SMPS para os testes
Figura 73. Distribuição das partículas geradas com DEHS e amostradas pelo SMPS
Figura 74. Distribuição granulonométrica do talco puro
Figura 75. Ajuste da curva ΔP/L x vs para o meio filtrante do tipo E11
Figura 76. Ajuste da curva ΔP/L x vs para o meio filtrante de nanofibras
Figura 77. Eficiência para a amostra S1 do meio filtrante E11 durante o aumento de sua
queda de pressãoqueda de pressão
Figura 78. Eficiência para a amostra S2 do meio filtrante E11 durante o aumento de sua
queda de pressãoqueda de pressão
F <b>igura 79.</b> Eficiência para a amostra S3 do meio filtrante E11 durante o aumento de sua
queda de pressão
Figura 80. Eficiência média do meio filtrante E11 durante o aumento da sua queda de
pressão
Figura 81. Meio filtrante do tipo E11 após o término da filtração aumentado en
1000x
Figura 82. Eficiência para a amostra S1 do meio filtrante de nanofibras durante o aumento
de sua queda de pressão
Figura 83. Eficiência para a amostra S2 do meio filtrante de nanofibras durante o aumento
de sua queda de pressão
Figura 84. Eficiência para a amostra S3 do meio filtrante de nanofibras durante o aumento
de sua queda de pressão
Figura 85. Eficiência média do meio filtrante de nanofibras durante o aumento da sua
queda de pressãoqueda de pressão
Figura 86. Meio filtrante de nanofibras após o término da filtração aumentado en
1000x

# LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Determinação do MERV com base no PSE segundo a ASHRAE 52.2	8
Tabela 2. Contaminantes e aplicações relacionados a classificação MERV de filtros	8
<b>Tabela 3.</b> Classificação de materiais filtrantes segundo a norma europeia EN 779	9
<b>Tabela 4.</b> Classificação de materiais filtrantes segundo a norma europeia EN 1882	10
Tabela 5. Número de partículas contadas em cada amostragem realizada. O "L" representa	
o LAS-X-II e o "N" representa o NanoScan	29
Tabela 6. Características das partículas de tamanho padrão.	30
Tabela 7. Dados obtidos na amostragem de partículas usando a solução água ultrapura	
mais partículas de tamanho padrão como aerossol	32
Tabela 8. Resultados obtidos para o teste de contagem zero de partículas e de vazamentos	
de ar	45
Tabela 9. Configurações dos ensaios realizados	51
Tabela 10. Queda de pressão em função da velocidade superficial sem meio filtrante	
posicionado no suporte	62
Tabela 11. Total de partículas contadas por amostragem	68
Tabela 12. Diâmetro de partículas medidas	69
Tabela 13. Total de partículas contadas por amostragem no teste de vazamento de ar	71
Tabela 14. Total de partículas contadas por amostragem no teste de contagem zero	72
<b>Tabela 15.</b> Resultados do teste de 100% de eficiência	72
Tabela 16. Queda de pressão do Wire Mesh em função da velocidade superficial	73
Tabela 17. Parâmetros dos testes de filtração	85
Tabela 18. Diâmetros medidos por análise de imagens do meio filtrante de nanofibras e do	
meio filtrante do tipo E11	85
Tabela 19. Área de poros medidas por análise de imagens do meio filtrante de nanofibras e	
do meio filtrante do tipo E11	86
Tabela 20. Constantes de permeabilidade k <sub>1</sub> calculadas para cada amostras dos meios	
filtrantes do tipo E11 e de nanofibras bem como os desvios padrões	88

# NOMENCLATURA

μ - Viscosidade do gas	[Pa*s]
${f A}$ — Área de filtração	$[m^2]$
C <sub>DOWN</sub> – Concentração de partículas amostradas à jusante ao meio filtrante	$[\mu g/m^3]$
<b>CR</b> – Coeficiente de correlação	[-]
Cup – Concentração de partículas amostradas à montante ao meio filtrante	$\left[\mu g/m^3\right]$
<b>E</b> – Eficiência do meio filtrante	[-]
$\mathbf{k_1}$ – Constante de permeabilidade Darciana	[m²]
L – Espessura do meio filtrante	[m]
n – Número de amostragens	[-]
N <sub>DOWN</sub> – Número de partículas amostradas à jusante ao meio filtrante	[-]
Nup – Número total de partículas amostradas à montante ao meio filtrante	[-]
P – Penetração de partículas no meio filtrante	[-]
<b>p</b> – Pressão	[Pa]
<b>Q</b> – Vazão volumétrica	$[m^3/s]$
u – Velocidade superficial	[m/s]
<b>Δp</b> – Queda de pressão do meio filtrante	[Pa]

# **SUMÁRIO**

1. INTRODUÇÃO	
2. OBJETIVOS	
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	
3.1 A Importância da Nano Segurança	
3.2 Tipos de Filtros	
3.3 Introdução de filtração de ar	
3.3.1 Determinação da Eficiência	
3.3.2 Queda de Pressão	
3.4 Carregamento do meio filtrante com pó	
4. SISTEMA DE TESTES DE MEIOS FILTRANTES DO LABFILTRI DO	
POLITECNICO DI TORINO	
4.1 Descrição do sistema de testes.	
4.1.1. Gerador de partículas	
4.1.2. Secador de ar	
4.1.3. Neutralizador de Aerossol	
4.1.4. Contador de partículas	
4.1.4.1. TSI NanoScan 3910	
4.1.4.2. TSI Laser Aerosol Spectrometer LAS-X II	
4.2. Qualificação do sistema de testes	
4.2.1. Teste de contagem zero de partículas dos contadores	
4.2.2. Teste de precisão do contador quanto ao tamanho das partículas	
4.2.3. Qualificação do neutralizador	
4.2.3.1. Descrição dos meios filtrantes usados na qualificação da neutralização.	
4.2.3.2. Excitação e balanceamento do neutralizador	
4.2.3.3. Variação da concentração de partículas	
4.2.4. Tempo de resposta do gerador de aerossol	
4.2.5. Contagem zero de partículas e vazamento de ar do sistema de teste	
4.3. Ensaios de filtração de nanopartículas com meios filtrantes novos	
4.3.1. Meios filtrantes e configurações dos ensaios de filtração	
4.3.2. Resultados dos ensaios de filtração para os meios filtrantes novos	
5. SISTEMA DE TESTES DE MEIOS FILTRANTES DO LABORATÓRIO DE	
CONTROLE AMBIENTAL NO DEQ/UFSCAR	
5.1 Descrição e Qualificação do sistema de testes	
5.1.1. Suporte de filtração	

5.1.2. Manômetro	62
5.1.3. Medidores de temperatura, umidade e pressão	62
5.1.4. Medidor de vazão	63
5.1.5. Neutralizador de aerosol	64
5.1.6. Sistema de geração de partículas	67
5.1.7. Contador de partículas	67
5.1.8. Seletor de tamanho de partículas	68
5.1.9. Sistema de amostragem de aerosol	70
5.1.10. Outros testes de qualificação	71
5.1.10.1. Teste de vazamento de ar	71
5.1.10.2. Teste de contagem zero de particulas	71
5.1.10.3. Teste de 100% de eficiência	72
5.1.10.4. Verificação de queda de pressão usando o Wire Mesh	73
5.1.11. Comentários adicionais	73
5.2. Desempenho de meios filtrantes na filtração de nanopartículas durante o	
processo de carregamento com pó	74
5.2.1. Projeto e construção do alimentador de pó	74
5.2.2. Ensaios de filtração e carregamento com pó dos meios filtrantes	79
5.2.2.1. Meios filtrantes utilizados na filtração de nanopartículas durante o	
processo de carregamento com pó	79
5.2.2.2. Ensaios de filtração e carregamento do meio filtrante	82
5.2.2.3. Resultados dos ensaios de filtração durante o aumento da queda de	02
pressão dos meios filtrantes	85
5.2.2.3.1. Caracterização dos meios filtrantes	8.5
5.2.2.3.2. Eficiência de filtração durante o aumento da queda de pressão	
dos meios filtrantes	88
6. CONCLUSÕES	10
7. SUGESTÕES FUTURAS	10
REFERÊNCIAS	10

# 1. INTRODUÇÃO

A indústria de filtração de ar é de grande interesse no mundo atualmente, por exercer um importante papel na fabricação e execução de diversos produtos e serviços essenciais a humanidade, pelo seu papel na melhoria de qualidade de vida e saúde humana e por ser um ramo muito lucrativo. Porém, essa indústria é muito complexa pois é apenas um ramo regulamentado por diferentes órgãos reguladores em diferentes locais (BENNET, 2012). As principais organizações envolvidas no estabelecimento de padrões para filtração de ar são a Sociedade Americana de Engenheiros de Aquecimento, Refrigeração e Ar Condicionado (ASHRAE) na América do Norte, o Comitê Europeu de Padronização (CEN) na Europa, a Organização Internacional de Padronização (ISO) de ordem mundial, além de órgãos mais localizados, como por exemplo a Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) no Brasil. Cada uma dessas organizações tem uma área de foco específica, mas seus padrões podem se sobrepor em alguns casos.

A complexidade do ramo de filtração de ar se dá pelo fato de que algumas mudanças nos parâmetros experimentais são suficientes para produzir resultados diferentes (EPA, 2009). Atualmente o mercado inclui uma gama muito grande de produtos, como por exemplo meios filtrantes, com diferentes características que apresentam diferentes vantagens e desvantagens entre si. A complexidade deste mercado de filtração de ar é, portanto, justificada pelo fato de que exige produtos e sistemas muito específicos de acordo com a necessidade requerida.

Dentro desse mercado de filtração de ar há uma tendência à preocupação com partículas de tamanhos cada vez menores. A filtração de nanopartículas é de grande interesse em diversas áreas, tais como o controle da poluição do ar, salas limpas para a indústria farmacêutica, laboratórios para pesquisa em nanotecnologia, entre outros. Esse interesse se dá principalmente porque o estudo das propriedades da nanotecnologia permite o desenvolvimento de muitos produtos avançados, materiais e processos, criando um potencial enorme e crescente para muitos setores industriais. Além do interesse no ramo industrial, é muito importante o impacto das nanopartículas no ambiente e na saúde humana. Estudos de exposição demonstraram efeitos negativos de nanopartículas sobre o sistema respiratório, células, sangue e até mesmo o cérebro (BUZEA et al., 2007; SCHNEIDER et al., 2011; KUHLBUSCH et al., 2018).

Devido à preocupação com partículas em escala nanométrica atualmente há uma movimentação do Comitê Europeu de Normalização para o desenvolvimento de um método padronizado para testar a eficiência de materiais filtrantes na filtração de nanopartículas. Para desenvolver esta norma é necessário avaliar um procedimento de medição de eficiência, onde diversos laboratórios realizam os mesmos testes independentemente (Round Robin Tests), nesse caso para meios filtrantes virgens. Estes testes foram realizados, de acordo com o projeto preparado pelo grupo de trabalho CEN/TC 195/WG 6, por cinco laboratórios diferentes. Estes laboratórios estão situados nas seguintes localidades: Instituto Federal de Tecnologia de Zurique na Suíça (ETH), Universidade de Minnesota nos Estados Unidos (UMN), UNIFIL Filtertchnik na Alemanha, CAMFIL na Suécia e o Laboratório de Teste de Filtros e Tecnologia de Aerossóis (LabFiltri) do Departamento de Energia do Politecnico di Torino.

Um tema pouco abordado na literatura é a relação entre a eficiência de coleta de nanopartículas a medida que sua queda de pressão aumenta até que atinja sua vida útil. É mais comum na literatura trabalhos que relacionam a massa retida com a queda de pressão. Esse processo de aumento da queda de pressão, também chamado de carregamento, é tratado por algumas normas de ventilação, porém, focados em filtros e não em meios filtrantes.

Devido à preocupação em se desenvolver metodologias para filtração de nanopartículas e como existem poucos trabalhos na literatura que abordem esse tema utilizando meios filtrantes já com sua vida útil reduzida, o objetivo deste trabalho foi a análise do desempenho de meios filtrantes na filtração de nanopartículas com o aumento de sua queda de pressão. Dentro desse objetivo principal estão inseridos testes propostos pelo grupo de trabalho CEN/TC 195/WG 6 realizados no Politecnico di Torino, como qualificação de equipamento de testes de meios filtrantes e testes de eficiência de coleta de nanopartículas de diversos materiais virgens. A partir da análise do desempenho de meios filtrantes limpos foram realizados experimentos no laboratório de Controle Ambiental no Departamento de Engenharia Química da Universidade Federal de São Carlos, afim de testar alguns meios filtrantes na filtração de nanopartículas simulando seu uso, analisando seu desempenho à medida que aumenta sua queda de pressão por meio de carregamento com pó.

### 2. OBJETIVOS

O objetivo principal do trabalho foi realizar a análise de desempenho de meios filtrantes na filtração de nanopartículas durante o aumento de sua queda de pressão, simulando seu uso.

Os objetivos específicos do trabalho foram:

- Realizar a qualificação do sistema de testes de meios filtrantes do LabFiltri do Departamento de Energia do Politecnico di Torino na Itália;
- Realizar experimentos de filtração com nanopartículas utilizando diversos meios filtrantes virgens no LabFiltri do Departamento de Energia do Politecnico di Torino na Itália.
- Realizar a qualificação do sistema de testes do Laboratório de Controle Ambiental do Departamento de Engenharia Química da UFSCar;
- Realizar o projeto e construção de um alimentador de pó, segundo a ISO 16890:3
   (2016), e adaptar para uso no sistema de testes de filtração do Laboratório de Controle
   Ambiental do Departamento de Engenharia Química da UFSCar;
- Realizar experimentos de filtração com nanopartículas no sistema de testes do Laboratório de Controle Ambiental do Departamento de Engenharia Química da UFSCar utilizando os meios filtrantes virgens e durante o carregamento com pó até a máxima queda de pressão, afim de simular o desempenho dos meios filtrantes durante sua vida útil.

# 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capitulo foram introduzidos os assuntos referentes ao tema estudado de acordo com trabalhos encontrados na literatura.

# 3.1. A Importância da Nano Segurança

O aerossol atmosférico é uma mistura complexa de partículas sólidas e líquidas provenientes de fontes naturais e antropogênicas. As partículas surgem de tempestades de poeira, erupções vulcânicas, detritos botânico, e das atividades em indústrias, laboratórios e processos de combustão. As fontes naturais são bem distribuídas em todo o mundo e a maioria de sua contribuição em massa vem de vastas áreas, enquanto as fontes antropogênicas são menores em quantidade, mas concentrados em áreas específicas. Pequenas partículas têm tempos de vida de dias na troposfera, enquanto as partículas grandes são removidos numa questão de horas (HINDS, 1999).

De acordo com Horikoshi and Serpone (2013), as nanopartículas são definidas como partículas com pelo menos um diâmetro entre 1-100 nm pela ISO e Instituto Nacional de Segurança e Saúde Ocupacional (NIOSH), como partículas com pelo menos 2 ou 3 diâmetros entre 1-100 nm pela Sociedade Americana de Testes e Materiais (ASTM) e como partículas com pelo menos um lado na escala nanométrica pelo Comitê Científico dos Produtos de Consumo (SCCP). Nanopartículas têm alta mobilidade e são produzidas em grandes quantidades a partir de síntese de materiais e processos de combustão. Partículas de aerossóis provenientes de atividades humanas sempre existiram, mas o recente desenvolvimento do motor à base de combustão na indústria e no transporte aumentou profundamente os níveis de emissão. Atualmente, o avanço tecnológico também mudou o caráter de poluição por partículas, aumentando a proporção de partículas nanométricas (BOSCO, 2016).

Os seres humanos possuem sistemas corporais bem adaptados para proteção aos intrusos potencialmente prejudiciais aos quais sempre foram expostos. Estudos epidemiológicos recentes têm mostrado uma forte correlação entre os níveis de partículas de poluição do ar com doenças respiratórias e cardiovasculares, vários tipos de câncer e mortalidade (KUHLBUSCH et al., 2018; KUHLBUSCH et al., 2011; FRANSMAN, 2017; SCHNEIDER et al.; 2011; HOET et al., 2004 e MAYNARD et al.,

2004). A chave para a compreensão da toxicidade de nanopartículas é que a sua dimensão é muito menor do que as células e orgânulos celulares, o que lhes permite penetrar essas estruturas biológicas básicas, interrompendo o seu funcionamento normal (BUZEA et al., 2007). Sendo assim, o perigo causado por partículas inaladas depende de sua composição química e dos locais onde são depositadas no interior do sistema respiratório.

A pele humana, pulmões e o trato gastrointestinal estão em contato constante com o meio ambiente, portanto, expostos a intrusão de nanopartículas. A deposição das partículas no pulmão depende dos mesmos mecanismos básicos de coleta em filtros, mesmo que o processo seja mais complicado porque a deposição respiratória ocorre em um sistema de mudança de geometria. Enquanto a pele é geralmente uma barreira eficaz contra substâncias estranhas, os pulmões e o trato gastrointestinal são mais vulneráveis. Estas três formas são os pontos mais prováveis de entrada para nanopartículas naturais ou antropogênicas (BUZEA et al., 2007). A Figura 1 mostra, resumidamente, os possíveis efeitos adversos à saúde associados com a inalação, ingestão e contato com nanopartículas.

nanopartículas. Nanopartículas Cérebro (Doenças neurológicas: mal de internalizadas nas células Parkinson, doença de Alzheimer) Inalação de nanopartículas Mitocôndria Núcleo • Pulmões (Asma, bronquite, enfisema, Citoplasma • Membrana câncer) Vesícula lipídica · Sistema (Aterosclerose, vasocosntrição, circulatório trombo, hipertensão arterial) Ingestão de nanopartículas Coração (Arritmia, doença cardiaca, Sistema gastrointestinal (Doença de Crohn, (Doença de etiologia Outros orgãos câncer de colo) desconhecida em rins, figado) Sistema (Podoconiose, Detritos de desgaste do linfático sarcoma de Kaposi) implante ortopédico (Doenças auto-imunes, dermatite, urticăria, (Doenças auto-imunes, dermatite) vasculite)

**Figura 1.** Possíveis efeitos adversos à saúde associados com a inalação, ingestão e contato com

(Fonte: adapatado de BUZEA et al., 2007).

Atualmente existem diferentes tipos de filtros capazes de filtrar partículas maiores que 500 nm. Os métodos para avaliar a eficiência destes filtros já estão normalizados e são amplamente utilizados em diferentes laboratórios em todo o mundo. Por outro lado, estudos de partículas menores é ainda um campo aberto. Tal estudo é essencial, pois as partículas menores são as mais nocivas e difíceis de capturar.

O objetivo de pesquisa nos métodos discutidos a fim de estabelecer um padrão de teste foi recolher um conjunto definitivo de dados experimentais para conhecer o desempenho de materiais filtrantes para partículas nanométricas. Com isso espera-se poder produzir materiais que possam chegar a eficiência de filtração de nanopartículas o mais próximo possível de 100%, de modo que a nano-segurança não será mais apenas um argumento de pesquisa, mas uma possibilidade real disponível para todos.

# 3.2. Tipos de Filtros

O componente mais importante de um sistema cujo objetivo é remover nanopartículas é, naturalmente, o filtro. Existem diferentes tipos de filtros, que podem ser divididos em quatro categorias principais (BROWN, 1993):

- Filtros granulares: consistem em camadas preenchidas com partículas aproximadamente isométricas e que agem em grande parte por filtração de profundidade. Filtração granular é o processo em que o fluido passa através de espaços entre o material granulado e as partículas retidas.
- Filtros de tecido: são feitos de fibras têxteis, que são processados em uma forma relativamente compacta de tecelagem ou como feltros. Embora alguns casos a filtração em profundidade ocorram em filtros de tecido, na maioria as partículas não penetram no material, mas é capturada sobre a superfície. Filtros de tecido geralmente podem ser limpos, mas a sua resistência a vazão de ar é relativamente elevada.
- Filtros de membrana: são feitas de material perfurado ou material fibroso altamente compactado, geralmente possuem apenas alguns micrômetros de espessura e agem principalmente por filtração de superfície. Neste tipo de filtração o fluido contaminado passa através de uma membrana de tamanho de poro especial para separar as partículas da corrente de ar.

- Filtros fibrosos: A estrutura de filtros de fibra não é altamente ordenada e nem completamente aleatória. As fibras são dispostas perpendicularmente ao escoamento do aerossol para proporcionar uma área maior de captura. No entanto, esta disposição implica em um maior risco de quebra das fibras, pois a resistência viscosa que age sobre as mesmas é superior à sua resistência à flexão. A força de arraste viscosa é proporcional ao quadrado da velocidade superficial do ar, portanto, fortemente dependente das condições de operação. Por estas razões, a escolha do filtro não se baseia apenas na eficiência de filtração requerida pelo utilizador, mas também nas propriedades mecânicas do material utilizado.

Segundo Sparks e Chase (2015) qualquer material poroso ou que possa ser construído com estrutura porosa, sejam esses poros do tamanho de um punho de uma pessoa ou menor do que um micrômetro, pode servir como um meio filtrante. No entanto, o meio filtrante deve ser forte, flexível, resistente à corrosão e abrasão, facilmente manipulado nas formas necessárias e capaz de ser feito com um variedade de porosidades diferentes. Esses requisitos limitam o número de possibilidades, mas ainda deixam muitos materiais potenciais: inorgânicos (minerais, carbono, vidro, metais e óxidos metálicos/cerâmicos) e orgânicos (naturais e sintéticos).

As fibras que constituem meios filtrantes podem vir de muitas fontes naturais e sintéticas. Os materiais naturais podem ser de fontes vegetais como o algodão, linho, juta e celulose de madeira, ou de fontes animais como a seda, lã, pele, cabelo. Os materiais sintéticos são produzidos a partir de recursos naturais como o vidro, cerâmica, carbono, metais ou celulose reconstituída, ou são totalmente sintéticos, sendo extrudados de polímeros termoplásticos. Todos os materiais naturalmente fibrosos possuem fibras extremamente longas em comparação com seus diâmetros, exceto no caso da celulose de madeira, onde o processo de fabricação produz fibras cujos comprimentos são medidos apenas em milímetros. Os materiais sintéticos são produzidos como filamentos contínuos, podendo então serem cortados ou quebrados em fibras de qualquer comprimento (SPARKS e CHASE, 2015).

A classificação dos filtros imposta pela ASHRAE 52.2 (2012) é dada para três faixas de tamanho, também denominado PSE (*Partical Size Removal Efficiency*). Essas faixas são: E1 (0.3 a 1.0μm), E2 (1.0 a 3.0 μm) e E3 (3.0 a 10.0 μm) (HUTTEN, 2016). De acordo com a faixa de eficiência para cada faixa de tamanho a norma classifica os filtros em MERV (*Minimum Efficiency Reporting Value*) em uma escala de 1 a 16, como mostra a Tabela 1.

A norma precedente, ASHRAE 52.1, trazia a classificação MERV de 1 a 20, com os valores de 17 a 20 para referência apenas, já que a ASHRAE não possui procedimentos de testes para filtros HEPA. A ASHRAE 52.2 eliminou essa faixa de classificação por esse motivo.

A Tabela 2 apresenta os principais contaminantes e aplicações relacionados a cada classificação MERV de filtros.

**Tabela 1.** Determinação do MERV com base no PSE segundo a ASHRAE 52.2.

MERV	E1 0.3-1.0μm	E2 1.0-3.0μm	Ε3 3.0-10.0μm
1	-	-	E<20
2	-	-	E<20
3	-	-	E<20
4	-	-	E<20
5	-	-	20≤E<35
6	-	-	35≤E<50
7	-	-	50≤E<70
8	-	-	70≤E
9	-	E<50	75≤E
10	-	50≤E<65	80≤E
11	-	65≤E<80	85≤E
12	-	80≤E	90≤E
13	E<75	90≤E	90≤E
14	75≤E<85	90≤E	90≤E
15	85≤E<95	90≤E	90≤E
16	95≤E	95≤E	95≤E

(Fonte: Adaptado de HUTTEN, 2016).

Tabela 2. Contaminantes e aplicações relacionados a classificação MERV de filtros.

MERV	Tamanho de partículas (µm)	Contaminantes típicos	Aplicações típicas
1 – 4	> 10,0	Pólen, ácaros da poeira, detritos de barata, poeira de lixamento, pó de pintura com pulverizador, fibras têxteis, fibras do tapete	Ar condicionado residencial de janela
5 – 8	10,0 – 3,0	Mofo, esporos, detritos do ácaro do pó, pêlos de gato e de cão, spray de cabelo, aspiradores de pó, leite em pó	Residências, instalações comerciais e espaços de trabalho industriais
9 – 12	3,0 – 1,0	Legionella, pó de umidificador, pó de chumbo, farinha moída, emissões automotivas, gotículas de nebulizador	Laboratórios hospitalares, residências superiores e instalações comerciais
13 – 16	1,0 – 0,3	Bactérias, núcleos de gotículas (espirros), óleo de cozinha, a maioria dos fumos, inseticida, a maioria das maquiagens e a maioria dos pigmentos de pintura	Hospitais e cirurgia geral

(Fonte: Adaptado de EPA, 2009).

Segundo a norma europeia EN 779 (2012), os filtros também são classificados de acordo com sua eficiência média de coleta ou remoção média nas condições de vazão de ar de 3400 m³/h, no caso de não ser especificada nenhum outro valor pelo fabricante, e queda de pressão máxima de 250 Pa ao final do teste para filtros do grupo G (para partículas grossas) e de 450 Pa para filtros das classes M (para partículas de tamanhos médios) e F (para partículas de tamanhos pequenos ou finos). A Tabela 3 mostra as classificações e suas respectivas eficiências.

**Tabela 3.** Classificação de materiais filtrantes segundo a norma europeia.

Grupo	Classe	Queda de pressão final [Pa]	Remoção média (A <sub>m</sub> ) de poeira sintética [%]	Eficiência média (E <sub>m</sub> ) para partículas de 400 nm [%]
	G1	250	$50 \le A_m < 65$	-
Grosseiro	G2	250	$65 \le A_m < 80$	-
Grosseno	G3	250	$80 \le A_m < 90$	-
	G4	250	$90 \le A_m$	-
Médio	M5	450	-	$40 \le E_m < 60$
1/10010	M6	450	-	$60 \le E_m < 80$
	<b>F7</b>	450	-	$80 \le E_m < 90$
Fino	F8	450	-	$90 \le E_m < 95$
	F9	450	-	95 ≤ E <sub>m</sub>

(Fonte: Adaptado de EN 779, 2012).

Segundo a norma EN 1882-2 (2009) também é possível classificar outros tipos de filtros de acordo com a sua eficiência de coleta ou penetração para o tamanho de partículas mais penetrante (MPPS), que seria o tamanho de partícula com a maior penetração ou menor eficiência de coleta. Essa classificação é dividida entre filtros HEPA (filtro de alta eficiência), filtros EPA (também conhecido como sub-HEPA) e filtros ULPA (filtro de baixa penetração). A Tabela 4 mostra as classificações e suas respectivas eficiências.

Tabela 4. Classificação de materiais filtrantes de alta eficiência segundo a norma europeia.

Grupo	Classe	Eficiência [%]	Penetração [%]
	E10	≥ 85	≤ 15
EPA	E11	≥ 95	≤ 5
	E12	≥ 99,5	≤ 0,5
НЕРА	H13	≥ 99,95	≤ 0,05
	H14	≥ 99,995	≤ 0,005
	U15	≥ 99,9995	≤ 0,0005
ULPA	U16	≥ 99,99995	$\leq$ 0,00005
	U17	≥ 99,999995	≤ 0,000005

(Fonte: Adaptado de EN 1882-2, 2009).

# 3.3. Introdução a filtração de ar

Um elemento essencial no estudo de aerossol é a capacidade de coletar amostras representativas para análise. Essas amostras devem refletir com precisão as partículas transportadas pelo ar em relação a sua concentração e distribuição de tamanho. Algumas normas para testes de eficiência de filtros utilizadas mundialmente são a ASHRAE 52.2 (2012), a EN 779 (2012) e mais recentemente a ISO 16890:2 (2016), que é uma versão mundial que engloba questões abordadas pelas normas americana e europeia.

A norma americana ASHRAE 52.2 aborda duas características. A primeira é a habilidade de um filtro quanto a remoção de partículas de uma vazão de ar e a segunda a resistência do filtro à vazão de ar. O equipamento utilizado para os testes suporta filtros com tamanho de 600 x 600 mm e uma faixa de vazão no interior do duto de 0,22 a 1,4 m³/s. O material usado para a geração do aerossol é o KCl e o contador de partículas deve realizar a medição das mesmas, tanto a montante quanto a jusante do filtro, em 12 canais dentro da faixa de tamanho de 300 a 10000 nm. A norma também indica uma metodologia para o carregamento do filtro com pó sintético para simular uma situação de uso real. Com isso, é possível traçar o desempenho de filtração desde o filtro limpo até a situação de máxima perda de carga do filtro e determinar os valores de menor eficiência (BENNETT, 2012).

A norma europeia EN 779, é similar a norma americana, porém, com algumas diferenças importantes. Nesse caso, a faixa de vazão no interior do duto é de 0,24 a 1,5

m³/s e o material usado para a geração do aerossol é o DEHS e não o KCl. A faixa de tamanho de partículas analisada é de 200 a 3000 nm. Essa norma também indica uma metodologia para o carregamento do filtro com pó sintético, mas nesse caso não se traça o desempenho da filtração no decorrer do carregamento e sim uma eficiência média sobre todo o período de carregamento (BENNETT, 2012).

A norma ISO 16890:2 é a mais recente norma de filtração. Essa pode ser considerada uma norma mais completa, principalmente pelo fato de utilizar como aerossol os dois materiais das duas normas citadas anteriormente e abranger partículas nas dimensões abordadas também nas normas citadas.

# 3.3.1. Determinação da Eficiência

A eficiência de filtração do filtro ou meio filtrante é determinada medindo a concentração ou o número total de partículas a montante e a jusante do filtro. Essa eficiência depende diretamente das características físicas do material filtrante e de sua construção, bem como características do material a ser filtrado, como o tamanho de partículas. Sachinidou et al. (2017) observaram que temperatura, umidade, perfil do escoamento no interior do duto, concentração ou densidade das partículas não exercem forte influência na eficiência de filtração.

A penetração P representa a proporção de partículas que podem atravessar o filtro, obtida pela Equação 1. Entre os colchetes podem ser observadas as unidades de cada Equação segundo o Sistema Internacional de Unidades (SI).

em que C<sub>down</sub> e C<sub>up</sub> são as concentrações de partículas a jusante e a montante do filtro, respectivamente. Outra forma de definir a penetração consiste em medir o número de partículas a montante e a jusante do filtro para um determinado intervalo de tempo:

$$\mathbf{P} = (\mathbf{N_{down}} / \mathbf{N_{up}}); \qquad \left[1 = n^{\circ} / n^{\circ}\right]$$

sendo que  $N_{\text{down}}$  e  $N_{\text{up}}$  são o número total de partículas a jusante e a montante do filtro, respectivamente.

A eficiência do filtro E é a fração de partículas removidas pelo filtro, apresentada pela equação:

A determinação da eficiência de coleta do filtro pode ser feita de acordo com os princípios da norma europeia EN 779 (2012). O teste de eficiência leva em consideração o ciclo de amostragem, onde se mede as partículas a montante e a jusante do filtro. O cálculo para determinação da eficiência de coleta para um ciclo de filtração é apresentada pela equação:

$$\mathbf{E_{i}} = \mathbf{1} - \left[ \frac{\mathbf{Ndown_{i}}}{\left( \frac{\mathbf{Nup_{i}} + \mathbf{Nup_{i+1}}}{2} \right)} \right]; \qquad \left[ 1 = 1 - \left( \mathbf{n^{\circ}} / \mathbf{n^{\circ}} + \mathbf{n^{\circ}} \right) \right]$$
(4)

tal que  $E_i$  é a eficiência de coleta no ciclo i,  $Ndown_i$  o número total de partículas a jusante do filtro amostradas no ciclo i,  $Nup_i$  o número total de partículas a montante do filtro amostradas no ciclo i e  $Nup_{i+1}$  o número total de partículas a montante do filtro amostradas no ciclo subsequente ao ciclo i. Então a eficiência total do filtro é dada pela equação:

$$\mathbf{E} = \frac{\sum_{1}^{n} \mathbf{E_{i}}}{\mathbf{n}}; \qquad \left[1 = \Sigma 1 / 1\right]$$
 (5)

em que n é o número total de ciclos de amostragem.

De um modo semelhante a eficiência pode ser avaliada utilizando a concentração de partículas ao invés do número total de partículas.

Em casos ideais as equações mostradas anteriormente são representativas, porém, em casos reais deve-se levar em consideração algumas perdas. As perdas na amostragem das partículas ocorrem na linha a montante e a jusante e podem ser diferentes. A diferença pode ser significativa quando o tamanho das partículas é muito pequeno e a perda por difusão é importante. Além disso, algumas partículas podem ser depositadas na entrada, na saída ou nas paredes do sistema de filtração. Portanto, é

importante estabelecer um Coeficiente de Correlação para corrigir essas perdas, como diz a norma EN 779 (2012).

Para estabelecer o coeficiente de correlação é necessário amostrar as partículas a montante e a jusante do filtro sem o meio filtrante posicionado. As condições para essas medidas devem ser as mesmas condições do teste de eficiência, como velocidade superficial do gás, geração de partículas e tamanho de partículas amostradas. O coeficiente de correlação CR é mostrado na equação:

$$\mathbf{CR} = \mathbf{N_{down}} / \mathbf{N_{up}}; \qquad \left[1 = n^{\circ} / n^{\circ}\right]$$
 (6)

De um modo semelhante o coeficiente de correlação pode ser avaliado utilizando a concentração de partículas ao invés do número total de partículas.

Então a Equação 4 se transforma, para um caso real, na equação:

$$\mathbf{E_{i}} = \mathbf{1} - \left[ \frac{\frac{\mathbf{Ndown_{i}}}{\mathbf{Nup_{i} + Nup_{i+1}}}}{\mathbf{CR}} \right]; \quad \left[ 1 = 1 - \left( n^{\circ} / n^{\circ} + n^{\circ} \right) / 1 \right] \quad (7)$$

A eficiência total continua a ser calculada pela Equação 5.

# 3.3.2. Queda de Pressão

A eficiência não é o único parâmetro considerado para avaliar o desempenho de uma filtração. A queda de pressão ( $\Delta p$ ) ao longo de um filtro é uma consideração importante a ser feita. Este parâmetro varia com a velocidade superficial do gás (u) e a viscosidade de ar ( $\mu$ ) e é diretamente proporcional à espessura do material de filtro (L).

No dispositivo de ensaio utilizado nesse trabalho o ar passa através da seção de filtração com velocidades de alguns centímetros por segundo, assim o escoamento será em regime laminar. A equação que liga a vazão no interior do equipamento e a queda de pressão por unidade de comprimento devido à resistência viscosa é expressa pela lei de Darcy, como mostra a equação:

$$Q = \frac{\varphi A}{\mu} \frac{dp}{dL}; \qquad \left[ m^{3/s} = (m^{2} * m^{2} / Pa*s)*(Pa/m) \right] \qquad (8)$$

sendo que Q é a vazão volumétrica, k<sub>1</sub> é a permeabilidade, A é a área de filtração. Integrando a Equação 8 é possível obter a lei de Darcy para os meios filtrantes, mostrada na equação a seguir:

$$\Delta_{p} = \frac{\mu u L}{k_{1}}; \qquad [Pa = (Pa*s*(m/s)*m/m^{2}] \quad (9)$$

## 3.4. Carregamento do meio filtrante com pó

Segundo Brown (1993) o processo de carregamento de meios filtrantes fibrosos com partículas geralmente ocorre em 3 fases. Na primeira fase ocorre a filtração de profundidade, onde a queda de pressão cresce gradualmente a medida que as partículas se depositam no interior do meio filtrante. A segunda fase é chamada de regime transicional onde ocorre um aumento mais rápido da queda de pressão a medida que uma quantidade significativa de espaços vazios do meio filtrante é ocupada por partículas. Na terceira fase ocorre a filtração superficial onde a queda de pressão aumenta dramaticamente a medida que há a formação de uma torta na superfície do meio filtrante.

Existem vários trabalhos sobre a filtração focada na performance de meios filtrantes relacionados com várias condições operacionais e ambientais, como por exemplo velocidade de filtração, tipos de partículas, temperatura e umidade relativa (BARROS et al., 2014; BARROS et al., 2015; BORTOLASSI et al., 2015; BORTOLASSI et al., 2017). Também se sabe que esses estudos são realizados, na maioria, com filtros novos. Entretanto, o comportamento dos meios filtrantes durante o carregamento não é completamente entendido, uma vez que grande parte desses estudos são realizados analisando a relação da quantidade de massa retida com a queda de pressão (PENICOT et al, 1999; WANG et al, 2015; ZURAIMI et al, 2017). Faltam na literatura estudos relacionando essas variáveis com a eficiência de coleta dos meios

filtrantes durante o processo de carregamento com pó, principalmente analisando o desempenho na filtração de nanopartículas.

Saleem e Krammer (2007) consideraram a velocidade de filtração e concentração de pó na formação de camadas de torta de filtração. Três níveis de concentração de massa de partículas foram testados, 7,32, 4,81 e 4,53 g/m³. Eles descobriram que a densidade e resistência da torta de filtração foram maiores para menor concentração de poeira. A velocidade de filtração teve maior efeito sobre a queda de pressão do filtro e densidade e resistência específica da torta em comparação com o efeito de concentração de pó. Os autores consideraram a faixa de concentração de pó testada limitada para maiores conclusões.

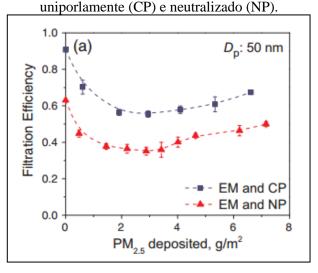
O comportamento de um filtro ou meio filtrante durante o carregamento com pó é muito importante na determinação de sua vida útil (PENICOT et al, 1999). Esse mesmo autor e seus colaboradores realizaram experimentos onde realizaram o carregamento de filtros HEPA com partículas sólidas. Observaram que, para este tipo de meio filtrante, as duas primeiras fases da filtração ocorrem em um curto período de tempo, com a terceira etapa ocorrendo muito rápido após o início de seu uso. Com isso, a queda de pressão se torna função linear da massa de pó coletada.

Wang et al (2015) estudaram a influência da taxa de carregamento de pó, ou seja, concentração mássica de partículas e vazão, na queda de pressão de meios filtrantes de alta eficiência. Foi observado que a taxa de carregamento de pó exerce efeito sobre a queda de pressão durante o carregamento de partículas, especialmente para baixas taxas de carregamento. A queda de pressão do meio filtrante diminui conforme a concentração de massa de partículas aumenta. Isso ocorre porque as partículas coletadas na superfície do meio filtrante tiveram maior tempo e espaço para alcançar um status onde não havia muita interferência de entrada posterior de partículas. Para altas concentrações mássicas, as partículas coletadas possuem menos chance de alcançar um status onde não há interferência, resultando em maior porosidade da torta formada. Tanto Wang et al. (2015) como Penicot et al. (1999) observaram que as fases da filtração dependem da forma como os meios filtrantes são construídos, da sua permeabilidade, material, etc.

Tang et al. (2018) realizaram filtração de um aerossol gerado a partir de uma solução aquosa de NaCl utilizando um SMPS como contador de partículas. Neste trabalho foram testados meios filtrantes com carga e sem carga elétrica e com o aerossol de duas maneiras diferentes. Neutralizado por um neutralizador radioativo de Po-210,

onde a carga das partículas é rearranjada para a distribuição de Boltzmann, carregado unipolarmente com um detector de aerossol elétrico (EAD), onde as partículas recebem múltiplas cargas positivas. As eficiências de coleta foram calculadas com a queda de pressão inicial de cada meio filtrante e quando a queda de pressão atingiu um valor cinco vezes maior. Os autores apresentaram a média desses valores. Foi observado neste trabalho a diminuição da eficiência de coleta com o aumento da velocidade de filtração. Também foi observado que a eficiência de coleta do meio filtrante com carga elétrica foi significantemente maior que do meio filtrante sem carga elétrica, principalmente para partículas maiores que 20 nm. Ou seja, a eficiência de coleta tem uma melhoria quando ocorre o carregamento elétrico do meio filtrante, uma vez que não ocorra a mudança da resistência do ar. Os autores também observaram uma eficiência de coleta maior dos meios filtrantes quando utilizado aerossol carregado unipolarmente, principalmente para partículas maiores que 100 nm. Com relação a massa depositada foi observado que, para um mesmo tamanho de partícula, a maior eficiência de coleta do meio filtrante de eletreto ocorre quando o mesmo está novo. Durante o processo há uma diminuição da eficiência de coleta logo no início do processo e um aumento à medida que a quantidade de massa coletada aumenta, como mostra a Figura 2. Os autores atribuíram esse fato a blindagem das cargas das fibras devido ao depósito das partículas. Os mesmos autores afirmaram que as partículas depositadas longe das fibras perturbam mais o escoamento que as partículas depositadas diretamente nas fibras, resultando numa maior força de arrasto e, consequentemente, maior queda de pressão.

**Figura 2.** Eficiência de coleta de partículas com diâmetro de 50 nm em relação a massa depositada utilizando um meio filtrante com carga elétrica (EM) e aerossol carregado unincolamento (CR) e neutrolizado (NR).



(Fonte: Tang et al, 2018)

Nos próximos capítulos estão apresentadas as atividades realizadas para esse trabalho. O trabalho foi dividido em duas partes: a primeira realizada no Laboratório de Teste de Filtros e Tecnologia de Aerossóis do DENERG do Politecnico di Torino, onde foram realizadas a qualificação do sistema de testes e ensaios de filtração com meios filtrantes novos, e a segunda no Laboratório de Controle Ambiental do DEQ/UFSCar, onde foram realizadas também a qualificação do sistema de testes, uma adaptação do sistema de teste e ensaios de filtração aumentando a queda de pressão dos meios filtrantes. É importante salientar que cada capítulo apresenta toda a atividade realizada em cada local, incluindo descrição de equipamentos, metodologias e resultados.

# 4. SISTEMA DE TESTES DE MEIOS FILTRANTES DO LABFILTRI DO POLITECNICO DI TORINO

Nos últimos anos desenvolveu-se pelo grupo de trabalho CEN/TC 195/WG 6 do Comitê Europeu de Normalização um projeto para a realização de uma norma para a determinação da eficiência dos meios filtrantes na captura de partículas suspensas no ar na faixa de 3-500 nm. O método básico consiste em submeter o meio filtrante contra partículas presentes no aerossol de teste, quantificar as concentrações de partículas a montante e a jusante do filtro e calcular a eficiência do filtro. O sistema de teste de filtração geralmente possui um gerador de aerossóis, um contador de partículas, um sistema de suporte de filtro e outros dispositivos para medição de pressão, temperatura, umidade e controle de vazão. Portanto, neste capitulo se apresentam a descrição do sistema de testes do Laboratório de Teste de Filtros e Tecnologia de Aerossóis do DENERG do Politecnico di Torino na Itália, a sua qualificação e os ensaios de filtração com meios filtrantes limpos.

# 4.1. Descrição do sistema de Teste

O equipamento de teste de meios filtrantes foi usado para testar diferentes materiais. O duto foi construído com um material eletricamente condutor tendo uma constante dielétrica elevada. A Figura 3 mostra um diagrama de todo o equipamento de teste de meios de filtragem.

O ar proveniente do ventilador (1) passa pelo filtro HEPA (2) e prossegue limpo em direção ao plenum (8). O aerossol é gerado a partir do compressor (3) e gerador de aerossol (5), controlado por uma válvula manual (4). Esse aerossol prossegue para o secador por difusão (6) e o neutralizador do tipo Corona (7), onde terá a umidade reduzida e suas cargas elétricas arranjadas para a melhor leitura do (22) contador de partículas. O aerossol e ar limpo se misturam no plenum (8) e prosseguem para a área de filtração. O aerossol passa pelo meio filtrante (10), pelo diafragma (12) e é expelido para o ambiente (14) pelo ventilador de exaustão (13). A queda de pressão do meio filtrante é medida por um manômetro (15) e a vazão no interior do duto também é medida por um manômetro (16) de acordo com a queda de pressão no diafragma. O ponto onde o aerossol é amostrado é determinado pelas válvulas solenoides. Quando a

válvula solenoide (20) está acionada, a amostragem é realizada no ponto de amostragem a montante ao meio filtrante (9). Quando a válvula solenoide (21) está acionada, a amostragem é realizada no ponto de amostragem a jusante ao meio filtrante (11). Quando a válvula solenoide (19) está acionada, é realizada amostragem de ar limpo do ambiente (17) que passa por um filtro HEPA (18). Uma porção da amostragem é enviada ao contador de partículas (22) e o resto é expelido do sistema (25). A vazão de amostragem é controlada por um rotâmetro (23) e uma bomba (24).

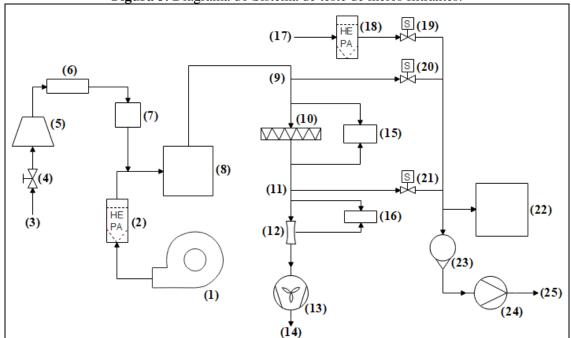


Figura 3. Diagrama do Sistema de teste de meios filtrantes.

(Fonte: Arquivos pessoais, 2018).

Os ventiladores, mostrados na Figura 4, são controlados por dois inversores são responsáveis pelo fornecimento e exaustão de ar no sistema, respeitando o limite máximo de 75% de umidade. Na saída do ventilador de alimentação há um filtro de alta eficiência para remover possíveis impurezas que podem afetar os testes. O ar limpo deve ser misturado em uma câmara de pressão, ou o plenum que é mostrado na Figura 5, com o aerossol proveniente da geração de partículas. O aerossol então prossegue para o suporte do filtro, mostrado na Figura 6, que nada mais é do que um canal quadrado com 16 grampos que permite a abertura e o fechamento do suporte. O meio filtrante é posicionado no interior do suporte do filtro onde o aerossol o confronta. Neste suporte, alguns centímetros a montante e a jusante da seção de filtração são inseridas duas

sondas de amostragem associadas a um manômetro para medir a queda de pressão através do filtro.

A montante e a jusante do meio filtrante estão também ligadas duas sondas do mesmo comprimento e geometria que se ligam ao contador de partículas. As válvulas elétricas, mostradas na Figura 7, permitem alternar a amostragem entre a montante e a jusante. Uma válvula de controle garante condição de amostragem isocinética, enviando as partículas de aerossol amostradas para o contador para coletar dados. Os tubos conectados ao contador de partículas, como todos os outros tubos em todo o sistema, são feitos em Tygon.

Figura 4. Ventilador de fornecimento (1) e ventilador de exaustão (2).

(Fonte: Arquivo pessoal, 2016).

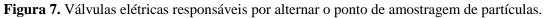


(Fonte: Arquivo pessoal, 2016)



Figura 6. Suporte de filtro com os grampos de fechamento.

(Fonte: Arquivo pessoal, 2016).





(Fonte: Arquivo pessoal, 2016).

Na última parte do duto metálico após o suporte do filtro é conectado outro tubo a um manômetro tubo em U, mostrado na Figura 8, para verificar se o circuito está sob pressão contra o ambiente externo. Esta condição é necessária para que partículas externas não entrem no circuito de teste.



Figura 8. Tubo em U com água.

(Fonte: Arquivo pessoal, 2016).

A vazão volumétrica é medida utilizando um bocal venturi e é avaliada como o produto da velocidade superficial do ar que passa através do elemento filtrante e da sua área superficial. Finalmente, o ar é expelido diretamente para o laboratório.

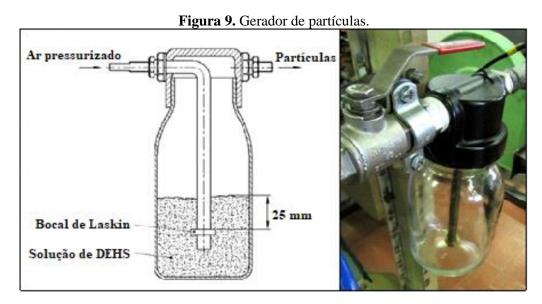
## 4.1.1. Gerador de partículas

O ar atmosférico não é adequado para testar um material filtrante, principalmente porque é difícil distinguir entre as várias classes dimensionais de impurezas devido a uma heterogeneidade considerável da mistura. Além disso, não se pode excluir a presença de agentes químicos, tais como qualquer condensado ácido que possa danificar as fibras do meio filtrante. Por estas razões foi utilizado o material sintético DEHS (sebacato de dietil-hexilo) para geração de partículas, uma molécula orgânica cuja fórmula química é a seguinte:

C<sub>26</sub>H<sub>50</sub>O<sub>4</sub> ou CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>CH(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)OOC(CH<sub>2</sub>)<sub>8</sub>COOCH<sub>2</sub>CH(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>CH<sub>3</sub>

O DEHS precisa ser introduzido no canal de aerossol, ser atomizado e misturado com o ar externo previamente purificado. Este material é utilizado para geração de

partículas em escala nanométrica e pode ser utilizado puro ou diluído com isopropanol (IPA), de acorodo com a faixa de tamanho de partículas que se queira gerar. O DEHS puro é usado para gerar partículas maiores, e à medida que diminui sua concentração em uma solução IPA + DEHS, a concentração de partículas menores aumenta. No caso deste estudo, utilizou-se o DEHS puro para a gama de 100-500 nm e uma solução de IPA + DEHS a 0,1% para a gama de 10-100 nm. O método de atomização de soluções ou suspensões líquidas constitui-se nas quebras do líquido em gotículas. O aerossol é gerado dentro de um frasco injetando ar limpo através do bocal Laskin sob a superfície líquida livre. É possível regular a entrada de ar por pressão na ampola para aumentar ou diminuir a quantidade de partículas produzidas de acordo com o tipo de teste ou contador de partículas utilizado. A Figura 9 mostra o gerador de partículas.



(Fontes: BOSCO, 2016 e Arquivo pessoaL, 2016).

#### 4.1.2. Secador de ar

O aerossol gerado a partir do ar comprimido, IPA e DEHS tem alta umidade e deve ser seco. Um secador de difusão pode ser usado, onde o aerossol é forçado a passar em seu interior. Este secador compreende um tubo poroso no qual passa a vazão de ar e um leito de materiais com elevada afinidade com água, neste caso o gel de sílica. O vapor de água no ar tem alta difusividade e por isso é adsorvido pelo material no secador de difusão. A Figura 10 ilustra o secador de difusão.

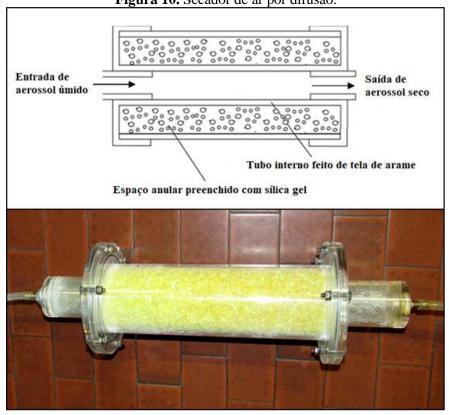


Figura 10. Secador de ar por difusão.

(Fontes: BOSCO, 2016 e Arquivo pessoal, 2016).

#### 4.1.3. Neutralizador

Uma das principais influências em um teste de filtração é a neutralização do aerossol. Segundo Cooper e Reist (1973), os métodos de geração de aerossol podem produzir partículas altamente carregadas, o que pode influenciar as medições. Estas cargas podem ser reduzidas expondo o aerossol à íons bipolares usando um "Corona Discharger" de alta tensão ou à radiação ionizante de materiais radioativos. Neste caso, o aerossol deve estar em contato com os íons por um período de tempo suficiente para o desenvolvimento do equilíbrio de Boltzmann. Segundo Ji et al. (2004) e Stommel e Riebel (2005), os neutralizadores de aerossol são utilizados para aplicar o equilíbrio da distribuição de cargas de aerossóis de distribuição desconhecida.

Nesta etapa do trabalho foi utilizado um neutralizador de aerossol tipo Corona, também conhecido como "Corona Discharger", mostrado na Figura 11. Um campo elétrico suficientemente alto é aplicado em um pequeno diâmetro com potencial negativo de fio de metal, fazendo com que os elétrons livres presentes na vizinhança

sejam violentamente acelerados. Quando atingem as moléculas cercadas de gás, o impacto é forte o suficiente para "roubar" outros elétrons, criando novos elétrons livres e íons positivos (BOSCO, 2016).

AEROSOL NEUTRALIZER
MODEL 8113
TSI

(Fonte: Arquivo pessoal, 2016).

## 4.1.4. Contador de partículas

Para quantificar a concentração ou número de partículas a montante e a jusante do filtro, são necessários instrumentos para a detecção de aerossóis. Existem no mercado uma grande variedade de instrumentos para monitorizar e analisar o aerossol.

Para os ensaios neste sistema de testes foram utilizados dois contadores de partículas diferentes. TSI NanoScan 3910 para a gama de partículas de 10 a 100 nm e TSI Laser Spectrometer LASER X II para a gama de partículas de 100 a 500 nm.

#### 4.1.4.1. TSI NanoScan 3910

O TSI 3910 NanoScan, mostrado na Figura 12, é um contador de partículas que usa o princípio de mobilidade elétrica. Um instrumento analítico que mede a

distribuição de tamanho de nanopartículas e concentração no "Scan Mode" ou que mede a concentração de um diâmetro de partícula específico em "Single Mode".

Figura 12. TSI NanoScan SMPS nanoparticle sizer.

(Fonte: Manual TSI NanoScan).

A Figura 13 ilustra a operação de TSI NanoScan. É possível observar a entrada do sistema de filtração de aerossol amostrado, o qual é transportado por um tubo flexível para a entrada mostrada em (1). A vazão de ar da amostra passa então através de um ciclone para a remoção de partículas grandes. Ar ultra limpo passa através de um gerador de íons de descarga corona unipolar (2) e é misturado com o aerossol de (1) carregando as partículas da amostra. A vazão entra então no RDMA (3) que classifica e separa partículas de acordo com seu tamanho, criando um campo magnético de carga negativa que atrai partículas positivamente carregadas (aqui pode ser usado o termo de mobilidade elétrica). As partículas com a mobilidade selecionada deixam o RDMA através do furo central no eletrodo inferior e passam para um saturador IPA (4). O vapor IPA condensa-se nas partículas, aumentando o seu tamanho até um nível que pode ser detectado pelo contador óptico de partículas (4). Finalmente os impulsos elétricos provenientes do detector são alimentados a um computador para contagem e análise.

Neste trabalho, o TSI NanoScan foi utilizado em "Single mode" para medir a eficiência do meio filtrante para os tamanhos 10, 15, 20, 30, 45, 67 e 100 nm. Para cada tamanho de partícula e amostra de meio filtrante foram realizados 4 ciclos de filtração, onde cada ciclo consiste de quatro etapas: limpeza (para garantir que o contador não

está medindo impurezas na mudança das válvulas), medição a montante do filtro, limpeza novamente e medida a jusante do filtro. O tempo de amostragem foi de 60 segundos para cada passo.

2. Carregador unipolar patenteado NanoScan SMPS 1. Ciclone Fluxo do carregador Entrada ativado Fluxo de exaustão \*\*\*\*\*\*\*\*\*\*\*\*\*\*\* Fluxo de Fluxo de desvio amostra 3. DMA radial patenteado 4. CPC TSI Entrada de Fonte Espelho Detector de luz focante Eletrodo Entrada d diluicão Fluxo do CPC Varredura da tensão

Figura 13. Diagrama de funcionamento do TSI NanoScan SMPS.

(Fonte: adaptado de Manual TSI NanoScan).

#### 4.1.4.2. TSI Laser Aerosol Spectrometer LAS-X II

O LAS-X II é um contador óptico de partículas (OPC). Este tipo de equipamento mede as concentrações e o tamanho de partícula baseado no fenômeno de dispersão da luz. Quando uma partícula é iluminada por um feixe de luz incidente, a intensidade da luz difusa da partícula a um determinado ângulo é calculada e depende do diâmetro e do índice de refração da partícula. Em um OPC a vazão de ar da sonda move-se para uma seção de medição onde as partículas passam através de um feixe estreito de luz produzido por um diodo um de cada vez. A luz dispersa por cada partícula é refletida para um fotodetector. Os impulsos de luz dispersos são convertidos em impulsos de tensão e divididos por canais eletrônicos, representando gamas de tamanho de partícula definidas. O resultado é um histograma da distribuição do tamanho de partícula.

Nesta etapa do trabalho utilizou-se o LAS-X-II para medir a eficiência do meio filtrante para os tamanhos de partículas de 150, 224, 335 e 500 nm. Para cada amostra

de meio filtrante foram realizadas amostragens de 6 ciclos de filtração. O tempo de amostragem utilizado para cada etapa foi de 20 segundos, exceto para filtros de alta eficiência, onde o tempo de amostragem foi de 60 segundos. A Figura 14 mostrada no LAS-X-II e a Figura 15 ilustra o funcionamento de um contador óptico de partículas.

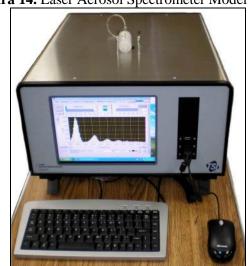


Figura 14. Laser Aerosol Spectrometer Model 3340.

(Fonte: Manual LAS-X-II).

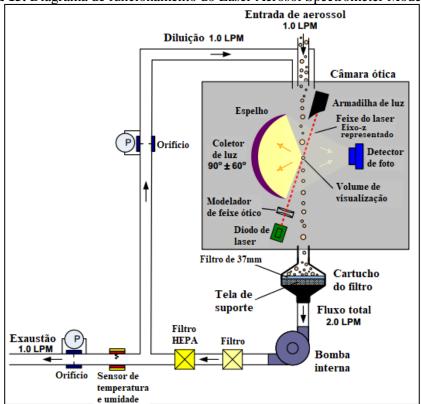


Figura 15. Diagrama de funcionamento do Laser Aerosol Spectrometer Model 3340.

(Fonte: adaptado de Manual LAS-X-II).

#### 4.2. Qualificação do sistema de testes

Para o desenvolvimento da metodologia para determinar a eficiência dos meios filtrantes uma avaliação interlaboratorial tem de ser realizada de acordo com o CEN/TC195. Essa avaliação é chamada de teste de Round Robin (Round Robin Test), que nada mais é do que uma medida experimental realizada independentemente por diferentes laboratórios, cujo objetivo é a verificação de um novo método de análise. Os laboratórios participantes devem realizar o teste e ter equipamentos e aparelhos de acordo com o projeto a ser desenvolvido. Se necessário, alguma medição incluída no projeto pode ser realizada um pouco diferente, uma vez que, na realidade, nem todos os laboratórios têm a mesma capacidade ou instrumentos. Porém, esses testes devem ser realizados de modo que não influam nos resultados e de forma representativa.

Antes da condução do procedimento experimental, todos os laboratórios participantes devem apresentar as medições de qualificação. Essa qualificação é realizada para garantir que os aparelhos utilizados e os métodos do laboratório são condizentes com o projeto e para garantir a elegibilidade e reprodutividade dos resultados obtidos.

#### 4.2.1. Teste de contagem zero de partículas dos contadores

Esse é um indicativo rápido para verificar se a manutenção é necessária no contador de partículas. Para cada contador no sistema, um filtro de alta eficiência (HEPA) deve ser instalado diretamente na entrada do instrumento e uma contagem de um minuto deve ser realizada. Para um resultado satisfatório a contagem deve ser inferior a 10 contagens por minuto.

Foram realizadas 6 amostragens de 60 segundos com o LAS-X-II e o NanoScan apenas ligando um filtro HEPA em suas entradas. Os resultados encontrados, contidos na Tabela 5, foram os melhores possíveis, pois nenhuma partícula foi encontrada.

**Tabela 5.** Número de partículas contadas em cada amostragem realizada. O "L" representa o LAS-X-II e o "N" representa o NanoScan.

			1	1001	0001100							
Amostragem	1L	2L	3L	4L	5L	6L	1N	2N	3N	4N	5N	6N
Total de partículas	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

# 4.2.2. Teste de precisão do contador quanto ao tamanho das partículas

Um ensaio de precisão de contagem deve ser realizado para verificar a calibração do contador de partículas. Para a calibração do contador são necessários dois testes: a calibração da precisão de contagem com relação a concentração e com relação ao tamanho das partículas. No teste de precisão da concentração de partículas medidas deve-se comparar o resultado obtido pelo contador com o resultado obtido por um eletrômetro (equipamento utilizado para medir corrente elétrica de aerossóis e, quando em conjunto com um classificador eletrostático, para medir concentração de partículas). A calibração em relação ao tamanho das partículas é feita para verificar sua confiabilidade na análise dos tamanhos das partículas: isso pode ser feito usando materiais de referência.

Para este trabalho somente o teste de precisão do tamanho de partículas pôde ser realizado, pois não há a disponibilidade de um eletrômetro para comparação da concentração medida pelos contadores. Por esta razão, foi escolhido fazer o ensaio com partículas de tamanho padrão (SRM) enviando-as diretamente para o NanoScan.

O SRM escolhido foram nanopartículas de látex de poliestireno esféricas (PSL). Estas partículas são parte de uma série de microesferas de polímero com diâmetros médios calibrados rastreáveis através do National Institute of Standards and Technology. Alguns dados físicos estão indicados na Tabela 6.

**Tabela 6.** Características das particulas de tamanho padrão.

Número de catálogo	3100A, Nominal 100 nm
Diâmetro médio certificado	100 nm ± 3 nm
Desvio padrão	7,8 nm
Composição da microesfera	Poliestireno

(Fonte: National Institute of Standards and Technology)

O teste foi realizado com o auxílio do software TSI NanoScan Manager. O gerador de aerossol usado para este teste é o modelo TSI 3079, mostrado na Figura 16, o qual possui um compressor compacto integrado que fornece o ar comprimido necessário e que usa um bico duplo de aço inoxidável de injeção para produzir um aerossol polidisperso.



Figura 16. Gerador de particulas TSI 3079.

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

O PSL foi diluído em água ultrapura ( $18~M\Omega~cm^5$ ) para realizar a calibração. A razão de diluição recomendada foi de 5-6 gotas da suspensão PSL para cada 80~ml de água ultrapura. A solução resultante foi sonificada em misturador sónico por 15~minutos. O misturador sonico é mostrado na Figura 17.



Figura 17. Sonicador SOLTEC SONICA utilizado.

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

Os testes preliminares mostraram que esta concentração era baixa para produzir contagens de partículas suficientes nos canais em torno de 100 nm. Foram obtidas

contagens adequadas através do aumento da concentração PSL a 6 vezes o nível recomendado.

Os participantes dos testes Round Robin devem repetir a medição da distribuição do tamanho cinco vezes. Os resultados desses ensaios estão apresentados na Tabela 7.

**Tabela 7.** Dados obtidos na amostragem de particulas usando a solução água ultrapura mais

particulas de tamanho padrão como aerossol.

	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5
Diâmetro das partículas [nm]	Concentração [#/cm³]	Concentração [#/cm³]	Concentração [#/cm³]	Concentração [#/cm³]	Concentração [#/cm³]
11,5	10.2	16.1	19.1	31.3	16.5
15,4	67.7	98.6	96.8	92.0	92.4
20,5	139.1	167.3	164.2	148.9	174.4
27,4	182.5	182.6	195.0	214.0	214.1
36,5	20.4	19.6	30.4	52.3	32.2
48,7	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0
64,9	197.3	236.2	241.8	207.0	231.9
86,6	575.1	613.9	634.0	598.0	648.8
115,5	744.0	768.9	802.3	792.0	835.7
154	540.3	544.9	575.6	599.0	608.5
205,4	135.9	120.9	134.7	178.8	154.6
273,8	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
365,2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média [nm]	103.1	100.0	100.6	102.4	101.5

O tamanho médio de partícula calculada pelo software é a soma das concentrações multiplicadas pelo tamanho de partícula, dividida pela concentração total. Com o valor médio de cada canal das cinco amostras foi plotado o gráfico de distribuição do aerossol, como é mostrado na Figura 18.

A tendência da distribuição não foi exatamente o esperado, pois para este tipo de material a distribuição deveria ser perfeita em torno do valor certificado. A distribuição de tamanho das partículas obtida teve dois picos, o que significa haver partículas residuais no sistema ou interferência externa. Entretanto, ainda assim foi possível avaliar os valores resultantes dos cinco valores médios da Tabela 7 e compará-los com o diâmetro nominal. O valor médio obtido das 5 amostragens foi de 101,5 nm. Como foi utilizado partículas padrões de  $100 \pm 3$  nm, houve uma diferença de 3%. Este valor é satisfatório, pois é inferior a 5%.

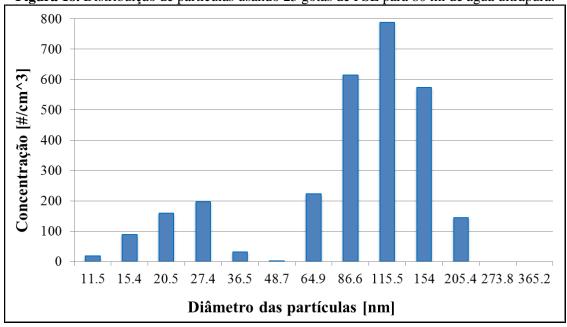


Figura 18. Distribuição de partículas usando 25 gotas de PSL para 80 ml de água ultrapura.

## 4.2.3. Qualificação da neutralização

Existem vários métodos para verificar a eficácia de um neutralizador. Como diferentes métodos necessitam de diversos equipamentos, que não estão disponíveis em todos os laboratórios de teste de filtro, a qualificação é feita de acordo com a ISO/TS 19713-1: 2010. Esta norma é válida tanto para neutralizadores do tipo corona como radioativos.

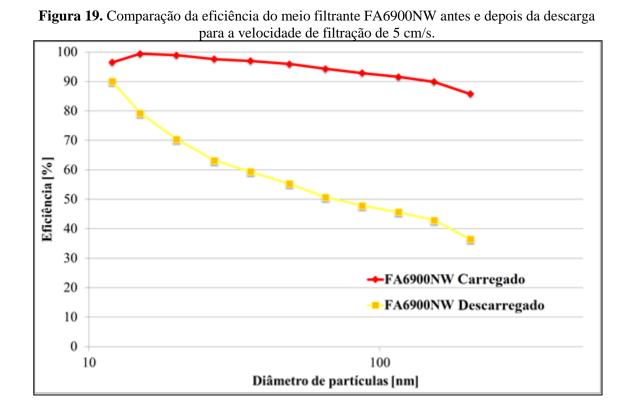
# 4.2.3.1. Descrição dos meios filtrantes usados na qualificação da neutralização

O método de ensaio depende da utilização de um filtro feito com meio filtrante de eletreto. É importante a utilização de um filtro que possui grande parte da sua eficácia devido a mecanismos de filtração eletrostática, de modo que o efeito pode ser facilmente medido.

Os meios filtrantes de eletreto à disposição para este teste foram dois: o "Nanoweb processo húmido FA6900NW" e do meio filtrante "Technostat", ambos produzidos pela "Hollingsworth & Vose". Antes de prosseguir com a qualificação do

neutralizador, deve ser feito um teste para confirmar o comportamento eletrostático dos meios filtrantes.

A forma mais comum para confirmar que as forças eletrostáticas são o mecanismo primário de filtração é medir a eficiência do filtro antes e após a descarga do filtro. Para descarregar os filtros, é necessário colocá-los em um banho de IPA por dois minutos e, em seguida, deixá-los secar por vinte e quatro horas. Os testes com os meios filtrantes carregados e descarregados foram feitos com velocidades superficiais de 5 cm/s e 10 cm/s usando o NanoScan como o contador de partículas e uma solução de DEHS em IPA de 0,1%. Foi escolhida essa configuração de testes porque o efeito eletrostático é mais visível em partículas menores. Além disso, as medições foram feitas no "Scan Mode", pois, neste caso, não é necessário ter uma alta precisão na avaliação da eficácia e sim uma avaliação qualitativa no modo de verificação. Os resultados estão indicados a seguir nas Figuras 19 e 20 para o meio filtrante "FA6900NW" e nas Figuras 21 e 22 para o meio filtrante "Technostat".



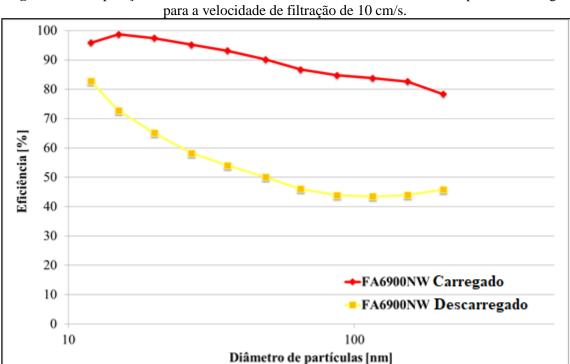
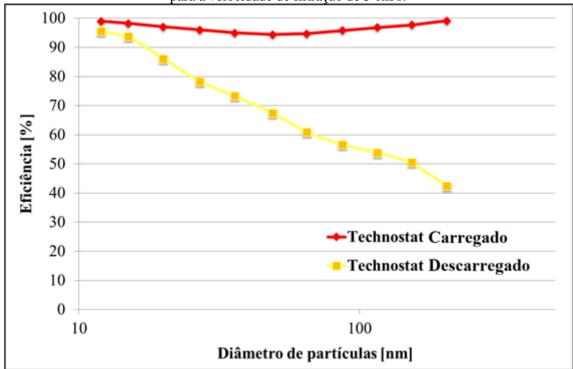
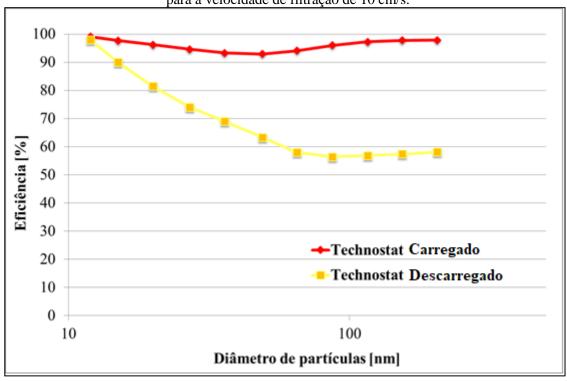


Figura 20. Comparação da eficiência do meio filtrante FA6900NW antes e depois da descarga

Figura 21. Comparação da eficiência do meio filtrante Technostat antes e depois da descarga para a velocidade de filtração de 5 cm/s.





**Figura 22.** Comparação da eficiência do meio filtrante Technostat antes e depois da descarga para a velocidade de filtração de 10 cm/s.

Os resultados dos testes, apresentados nas Figuras 19 a 22, mostram a forte natureza eletrostática do mecanismo de filtração dos dois materiais testados, uma vez que a eficiência de coleta foi reduzida por vários pontos percentuais após o processo de descarga.

Para verificar adequadamente a eficácia de um neutralizador do tipo corona é necessário determinar em primeiro lugar o funcionamento correto do instrumento e, em seguida, encontrar a configuração que melhor representa os resultados de eficiência de neutralização. Para fazer isso é necessário fazer testes de eficiência do meio filtrante variando a configuração do neutralizador. A condição de menor eficiência dos meios filtrantes irá corresponder ao estado de mais elevada eficiência do neutralizador. De fato, o neutralizador é equipado com três parafusos, com o qual é possível regular a frequência de excitação e a tensão dos elétrodos. O neutralizador utilizado no laboratório é o modelo TSI Aerosol neutralizador 8113 e é mostrado na Figura 23.

O elemento mostrado na imagem com o número 3 é o botão liga/desliga. O elemento destacado com o número 1 é o parafuso que ajusta o pulso. Este parafuso pode ser posicionado usando uma chave de fenda pequena em cinco posições pré-definidas correspondentes a cinco frequências diferentes: 0 Hz (DC), 1,0 Hz, 1,3 Hz, 2,2 Hz e 10 Hz. Da mesma forma o nível de tensão pode ser regulado com os dois parafusos

indicados com o número 2. Estes dois parafusos, ao contrário do parafuso do pulso, não possuem posições pré-definidas, eles são livres para girar no sentido horário em um intervalo de 3,5 kV a 10 kV.

AEROSOL NEUTRALIZER MODEL 8113 TSI

Figura 23. Neutralizador de Aerosol TSI 8113.

(Fonte: BOSCO, 2016)

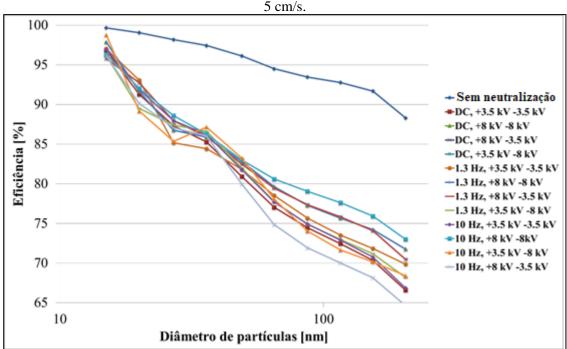
## 4.2.3.2. Excitação e balanceamento do neutralizador

O processo de qualificação do neutralizador pode ser resumido com estes cinco passos:

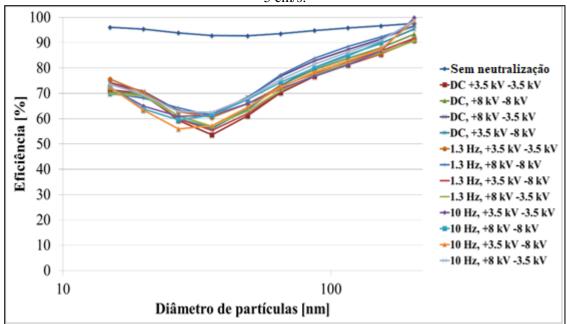
- a) A instalação do neutralizador.
- b) Medição da eficiência do filtro eletreto com o neutralizador desligado.
- c) Medição da eficiência do filtro eletreto com o neutralizador ligado.
- d) Ajuste da frequência e tensão para minimizar a eficiência medida do filtro de eletreto.
- e) Medição da eficiência do filtro eletreto com o neutralizador desligado.

A eficiência do meio filtrante de eletreto é, portanto, medida duas vezes sem o neutralizador: pela primeira vez antes de realizar os testes com o neutralizador, e pela segunda vez após o ajuste. Isto deve ser feito para verificar a influência da neutralização sobre o meio filtrante, porque se as duas eficiências obtidas sem o neutralizador são diferentes, isso significa que o teste está afetando a carga sobre os meios filtrantes e o teste deve ser repetido com a concentração do aerossol ou a duração reduzida.

Como explicado anteriormente, a tensão de alimentação dos dois pólos pode ser variada mudando os parafusos de posição, porém, o neutralizador não possui uma forma precisa de mostrar a tensão escolhida. Como o parafuso é livre, as únicas posições demarcadas são as tensões mínimas e máximas. Infelizmente, não foi possível encontrar um voltímetro capaz de medir a alta tensão do neutralizador e por isso as medições foram feitas ajustando os parafusos dos pólos nas posições mínimas e máximas. No que se refere à frequência, três das cinco posições possíveis foram escolhidas: DC, 1,3 Hz e 10 Hz; para cada frequência, cada combinação de tensão foi testado, perfazendo um total de doze testes de eficiência para cada filtro de eletreto. As Figuras 24 e 25 apresentam as curvas levantadas nesse processo da qualificação da neutralização para a velocidade de filtração de 5 cm/s utilizando o meio filtrante FA6900NW e o meio filtrante Technostat, respectivamente. A partir de testes realizados, pode ser visto como o neutralizador tem um impacto considerável sobre a eficiência de filtração. No entanto, não é possível identificar uma combinação específica de frequência e de tensão de tal modo que a eficiência é provada ser significativamente menor que em todos os outros casos. Além disso, os testes destacam como o desempenho do neutralizador é mais ou menos eficiente de acordo com o tipo de meio filtrante selecionado.



**Figura 24.** Qualificação da neutralização para o meio filtrante FA6900NW para a velocidade de 5 cm/s.



**Figura 25.** Qualificação da neutralização para o meio filtrante Technostat para a velocidade de 5 cm/s.

O contador utilizado para todos estes ensaios foi o NanoScan com 6 ciclos de amostragem de 60 segundos por etapa. Nas Figuras 24 e 25, é possível observar a influência da neutralização na eficiência de coleta do meio filtrante, onde a mesma varia para cada configuração do neutralizador. Nesse caso, a menor eficiência de filtração é considerada a maior eficiência de neutralização, ou seja, a melhor configuração do neutralizador. Como não houve uma configuração que obteve um melhor desempenho, foi decidido usar para medições posteriores a definição que, em média, teve um bom desempenho para ambos os testes a configuração DC 3,5 kV -3,5 kV.

As Figuras 26 e 27 apresentam as curvas levantadas no teste de checagem do efeito da neutralização nos meio filtrantes FA6900NW e Technostat, respectivamente. Foram realizados os testes de controle sem o neutralizador no início, após os testes de 6 configurações do neutralizador (1ª checagem) e no final dos testes (2ª checagem), ao invés de no início e no final apenas, como dizia o procedimento. Isso foi realizado devido ao elevado número de testes. Como não houveram grandes variações nos resultados encontrados para eficiência de coleta antes, durante e depois do uso da neutralização, como é mostrado nas Figuras 26 e 27, pode-se concluir que o neutralizador não influência o comportamento dos meios filtrantes com o passar do tempo.

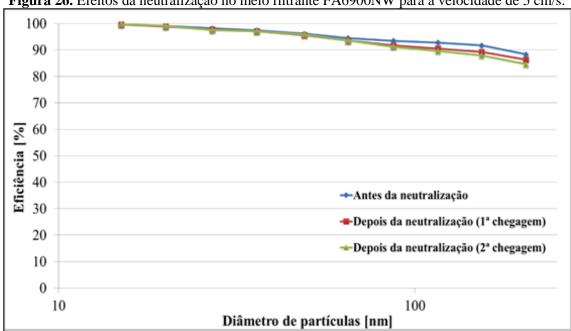
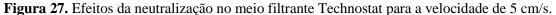
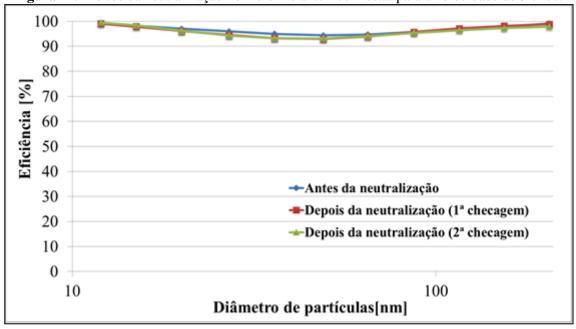


Figura 26. Efeitos da neutralização no meio filtrante FA6900NW para a velocidade de 5 cm/s.

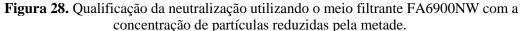


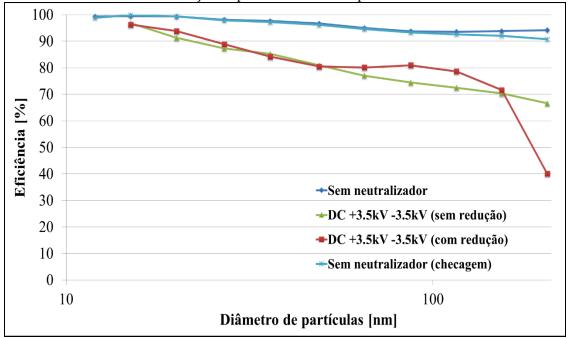


## 4.2.3.3. Variação da concentração de partículas

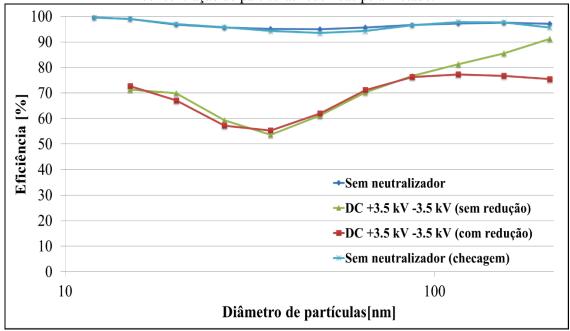
Posterior ao ensaio de equilíbrio e de excitação, a eficácia do neutralizador também foi testada em concentrações mais baixas. A concentração de partículas é controlada ajustando a vazão de ar pressurizado que entra no atomizador. Para estes testes o neutralizador foi definido de acordo com os resultados da seção anterior, ou

seja, DC, + 3,5kV -3,5 kV. Os procedimentos são semelhantes aos da seção 4.3.2. Também neste caso, os testes são realizados sem neutralizador, antes e após o ensaio com neutralizador ligado, para analisar se o mesmo afeta o desempenho de filtração do material. As Figuras 28 e 29 mostram os resultados obtidos para os meios filtrantes FA6900NW e Technostat, respectivamente.





**Figura 29.** Qualificação da neutralização utilizando o meio filtrante Technostat com a concentração de partículas reduzidas pela metade.



Em relação aos testes sem neutralizador, a tendência das duas curvas é muito semelhante ao das Figuras 26 e 27 com concentrações mais elevadas. Portanto, a neutralização não tem influência sobre o rendimento de filtração dos dois materiais.

Em relação à comparação entre os testes realizados com diferentes concentrações, a questão é ligeiramente diferente. Na verdade, as duas curvas são muito semelhantes, se considerarmos os primeiros canais, e ao mesmo tempo, eles tendem a desviar-se ligeiramente nas últimas classes de partículas consideradas. Isto é muito mais pronunciado em testes realizados com o FA6900NW, enquanto que com o meio filtrante "Technostat" as duas curvas são praticamente iguais e tendem a divergir apenas para as duas últimas dimensões. A explicação pode ser devido ao fato de o NanoScan poder trabalhar na gama de tamanho de 10 a 420 nm, mas a precisão dos resultados é assegurada apenas para tamanhos menores. Isto também foi confirmado pela empresa que produz o instrumento, o que confirmou que a precisão das medidas é muito melhor abaixo de 100 nm.

## 4.2.4. Tempo de resposta do gerador de aerossol

O tempo de resposta do gerador de aerossol determina a quantidade de tempo necessário para atingir uma condição de estado estacionário para os ensaios. Saber o tempo correto que a geração das partículas leva para atingir uma condição constante é essencial para assegurar que os valores da eficiência medida não são influenciados por possíveis oscilações de concentração do aerossol.

O objetivo do ensaio é medir o intervalo de tempo que leva para a concentração de aerossol ir do nível de fundo para o nível de teste no estado estacionário. Da mesma forma, é necessário medir o intervalo de tempo para o aerossol voltar ao nível de fundo depois de desligar o gerador. O intervalo de tempo obtido será utilizado como o tempo mínimo de espera entre a ativação do gerador de aerossol e o início da sequência de amostragem. O teste foi realizado usando o software TSI NanoScan Manager, que permite observar a evolução da concentração com o tempo.

Foram realizados testes na velocidade de 5 cm/s, utilizando aerossol gerado de uma solução de IPA+DEHS de 0,1% e considerados as dimensões das partículas de 45 e 100 nm. Os resultados obtidos são apresentados nas Figuras 30, 31, 32 e 33.

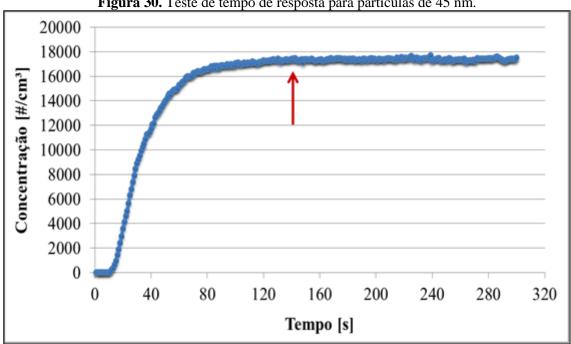
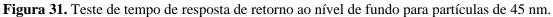
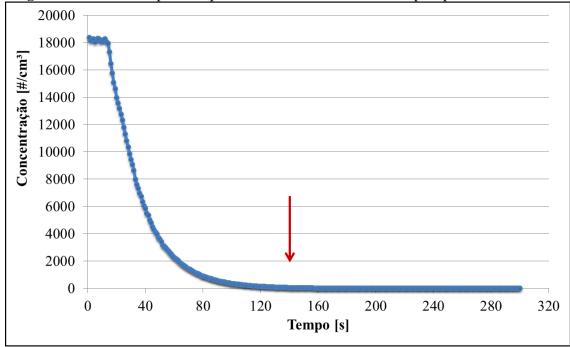


Figura 30. Teste de tempo de resposta para partículas de 45 nm.





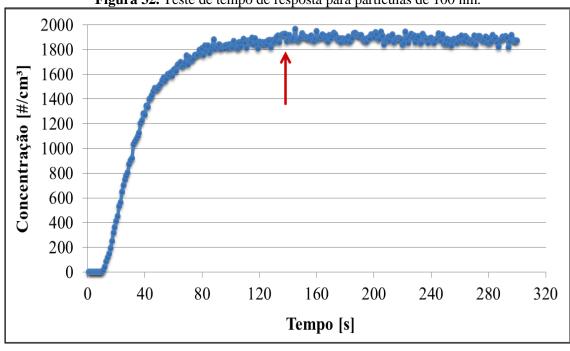
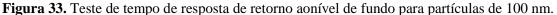
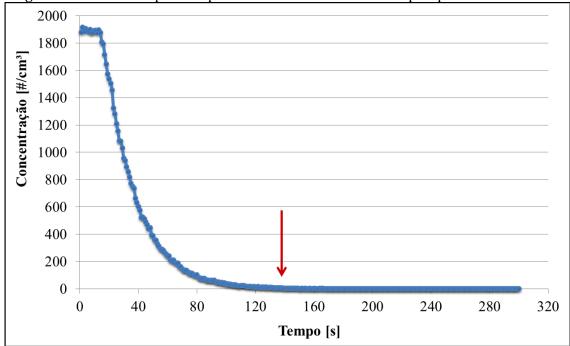


Figura 32. Teste de tempo de resposta para partículas de 100 nm.





A quantidade de partículas produzidas pelos dois testes é diferente, uma vez que depende da concentração da solução. Porém, os resultados são os mesmos, tanto para o tempo de resposta e o tempo necessário para voltar a concentração de fundo. O fato de que o tempo resultante é o mesmo para as medições realizadas com partículas de 45 nm e de 100 nm confirma a constância da geração de partículas. O tempo necessário para que o aerossol alcance o estado de equilíbrio e para retornar à concentração de fundo foi

de 140 segundos, pois é o ponto das curvas presentes nas Figuras 30 e 32 onde a concentração das partículas geradas se torna constante e o ponto das curvas presentes nas Figuras 31 e 33 onde a concentração de partículas retorna a zero.

## 4.2.5. Contagem zero de partículas e vazamento de ar do sistema de teste

Antes de efetuar os testes é necessário realizar outros testes de contagem zero de partículas e de vazamentos no sistema. Foram realizados testes semelhantes anteriormente, porém, eram testes relacionados diretamente aos contadores de partículas. O teste de contagem zero de partículas verifica se existem partículas a montante do filtro com o gerador de aerossol desligado e do meio filtrante na posição. O teste de vazamentos verifica a pureza do ar e se há fugas do sistema, por meio da verificação de partículas a jusante do filtro com o gerador de aerossol desligado. O limite máximo da contagem total por minuto deve ser de 10 partículas. A Tabela 8 mostra os resultados obtidos para o teste de contagem zero de partículas e de vazamentos de ar.

**Tabela 8.** Resultados obtidos para o teste de contagem zero de partículas e de vazamentos de ar.

Média de tamanho [nm]	Eficiência [%]	Incerteza [+/-]	Desvio [+/-]	Total de partículas a montante [#]	Concentração a montante [#/dm³]	Total de partículas a jusante [#]	Concentração a jusante [#/dm³]
12	0	0	0	0	0	0	0
15	0	0	0	0	0	0	0
20	0	0	0	0	0	0	0
27	0	0	0	0	0	0	0
36	0	0	0	0	0	0	0
49	0	0	0	0	0	0	0
65	0	0	0	0	0	0	0
87	0	0	0	0	0	0	0
116	0	0	0	0	0	0	0
154	0	0	0	0	0	0	0
205	0	0	0	0	0	0	0
274	0	0	0	0	0	0	0
365	0	0	0	0	0	0	0

O meio filtrante utilizado foi um do tipo HEPA. Foi utilizado o NanoScan no modo "Scan Mode" com amostragens de 6 ciclos de 60 segundos por etapa. O número total de partículas contadas a montante e a jusante do filtro foi zero, o que significa que nem fuga ou intrusões ocorrem, e o ar usado para misturar-se ao aerossol está limpo e livre de contaminantes. É necessário repetir este tipo de teste antes de cada medição, especialmente se o equipamento de teste passe por alterações entre um teste e outro.

Depois de ter feito esses testes, é possível dizer que o circuito é capaz de fornecer resultados repetíveis e reprodutíveis. Os testes de precisão do contador obtiveram resultados satisfatórios com um erro relativo muito baixo, porém, é possível obter resultados mais precisos do tamanho médio de partícula com o NanoScan. Realiza-se uma varredura das dimensões ao redor de 100nm uma a uma trabalhando com o contador no modo "Single Mode", onde o equipamento possui melhor precisão. Os testes de vazamento de ar e contagem zero, deve ser repetido periodicamente, e os resultados comparados com os obtidos a partir de medições anteriores. Em relação aos ensaios com neutralizador, é necessária uma forma de descobrir o valor exato da tensão aplicada nos polos positivo e negativo, afim de ter exata consciência sobre os melhores valores utilizados.

#### 4.3. Ensaios de filtração de nanopartículas com meios filtrantes novos

Para a realização dos ensaios de filtração foram escolhidos alguns meios filtrantes pelo M-461, o qual é o mandato responsável dentro do Comitê Europeu de Normalização pela atribuição dos materiais a serem testados aos vários laboratórios de pesquisa. Estes materiais foram escolhidos pelo grupo de trabalho com base em suas propriedades de filtração. Os materiais escolhidos, de fato, têm diferente eficiência de filtração, foram fabricados de maneiras diferentes, e são feitos a partir de materiais diferentes.

#### 4.3.1. Meios filtrantes e configurações dos ensaios de filtração

Os materiais foram escolhidos para ter uma ampla gama de eficiência de filtração. O nome dos materiais listados refere-se a sua característica de filtração,

passando da categoria M5 até H13, além do um meio filtrante altamente homogêneo chamado Wire Mesh. A seguir estão apresentadas algumas características de cada meio filtrante e suas quedas de pressão medidas no laboratório.

O meio filtrante do tipo M5 é um material fibroso utilizado para dimensões médias de partículas e possui queda de pressão de 8 Pa à 5cm/s. É um filtro de saco (bag) feito de fibras sintéticas, por isso, deve ser aberto para ser testado devido as dimensões do porta amostra. A superfície ao qual o escoamento de ar é submetido é o seu interior. A Figura 34 mostra a imagem de uma das amostras do meio filtrante M5.

**Figura 34.** Amostra do meio filtrante do tipo M5.



(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

O meio filtrante do tipo F7 PTFE sintético é um material feito de fibras sintéticas de politetrafluoroetileno e possui queda de pressão de 21 Pa à 5cm/s. Esse meio filtrante foi utilizado de duas formas diferentes, na sua forma normal (com cargas elétricas) e também foi testado após o descarregamento de suas cargas elétricas. Sua descarga acontece após um banho de 2 minutos em IPA e uma espera de 24 horas, conforme a seção 4.2.3.1. A Figura 35 mostra a imagem de uma das amostras do meio filtrante F7 carregado/descarregado.

Figura 35. Amostra do meio filtrante do tipo F7 carregado/descarregado.



(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

O meio filtrante do tipo F7 sem carga elétrica é feito de fibra de vibro e possui queda de pressão de 20,7 Pa à 5cm/s. Este material é utilizado em filtro de mangas. A fibra de vidro é um material constituído por numerosas fibras extremamente finas e tem propriedades mecânicas aproximadamente comparável a outras fibras, tais como polímeros e fibras de carbono. A Figura 36 mostra a imagem de uma das amostras do meio filtrante F7 sem cargas elétricas.

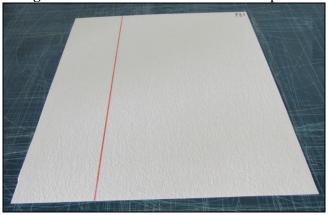
Figura 36. Amostra do meio filtrante do tipo F7 não carregado.



(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

O meio filtrante do tipo F9 é um material feito de fibras de vidro e possui queda de pressão de 44,7 Pa à 5cm/s. Este meio filtrante não é carregado e, ao contrário dos materiais anteriores que são usados em filtros de saco, este é utilizado para filtros plissados. A Figura 37 mostra a imagem de uma das amostras do meio filtrante F9.

**Figura 37.** Amostra do meio filtrante do tipo F9.



(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

O meio filtrante do tipo E11 é um material plissado feito de politetrafluoretileno e possui queda de pressão de 78 Pa à 5cm/s. Tem aparência de uma folha branca com uma superfície áspera. A Figura 38 mostra a imagem de uma das amostras do meio filtrante E11.

Figura 38. Amostra do meio filtrante do tipo E11.



(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

O meio filtrante do tipo H13 é produzido para filtros plissados e é feito de fibra de vidro e possui queda de pressão de 287,7 Pa à 5cm/s. Este material está na classe dos filtros de alta eficiencia, ou seja, é um material utilizado em filtros HEPA. A Figura 39 mostra a imagem de uma das amostras do meio filtrante H13.

**Figura 39.** Amostra do meio filtrante do tipo H13.



(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

O meio filtrante Wire Mesh é um material especial que consiste de uma malha de aço inoxidável capaz de garantir de uma distribuição uniforme das fibras e possui

queda de pressão de 55,3 Pa à 5cm/s. Devido ao processo de fabricação, todos os outros materiais possuem uma densidade anisotrópica, devido à não uniformidade da concentração das fibras ao longo das várias direções. O processamento diferente do Wire Mesh fornece densidade uniforme e deve garantir uma repetibilidade significativa dos dados obtidos. Além disso, como o Wire Mesh é feito de metal, ele não deve ser afetado por forças eletrostáticas. Por estas razões foi o meio filtrante escolhido para um teste de validação do circuito. A Figura 40 mostra a imagem de uma das amostras do meio filtrante Wire Mesh.

Figura 40. Amostra do meio filtrante Wire Mesh.



(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

Foram utilizadas 3 amostras de cada meio filtrante para os ensaios. Suas dimensões são de 35x35 cm. O circuito foi preparado adequadamente antes de cada teste. Testes de contagem de zero partículas, testes de vazamento de ar e avaliações do coeficiente de correlação foram realizadas antes de cada teste. Quando se utiliza o LAS-X II, é possível variar o tempo de amostragem, enquanto o NanoScan pode trabalhar apenas com um tempo de amostragem de 60 segundos. Com o LAS-X II é também possível variar a vazão da amostragem, enquanto o NanoScan amostra sempre com a mesma vazão de amostragem. O número de ciclos de amostragem, a duração de cada ciclo foi decidida de acordo com o contador e o material testado. Alguns materiais foram testados para duas velocidades superficiais diferentes. É importante salientar que, devido a Equação 4, sempre é realizada a amostragem de um ciclo a mais do que o estipulado, pois o cálculo leva em consideração o valor obtido a montante do ciclo seguinte. As configurações de testes para cada material são mostradas na Tabela 9.

Tabela 9. Configurações dos ensaios realizados.

			LAS-X-II		NanoScan			
Meio Filtrante	Velocidades testadas (cm/s)	Quantidade de ciclos	Tempo de amostragem (s)	Vazão de amostragem (cm³/min)	Quantidade de ciclos	Tempo de amostragem (s)	Vazão de amostragem (lpm)	
WM	5 e 10	6	20	100	4	60	0,75	
M5	5 e 10	6	20	100	4	60	0,75	
F7 SC	5 e 10	6	20	100	4	60	0,75	
F7 C/D	5 e 10	6	20	100	4	60	0,75	
F9	5 e 10	6	20	100	4	60	0,75	
E11	2 e 5	6	60	10	4	60	0,75	
H13	2 e 5	6	60	10	4	60	0,75	

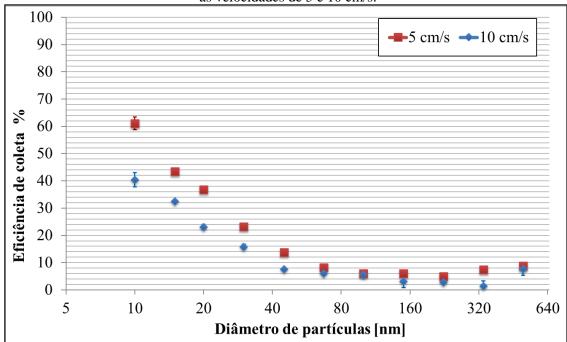
Os testes foram conduzidos com duas velocidades superficiais de filtração para três amostras de cada meio filtrante. Os meios filtrantes do tipo M5, todos os do tipo F7, do tipo F9 e o Wire Mesh foram testados com velocidades de 5 cm/s e 10 cm/s. Os meios filtrantes do tipo E11 e H13 foram testados com velocidades de 2 cm/s e 5 cm/s. O NanoScan foi utilizado para amostrar partículas com dimensões de 10, 15, 20, 30, 45 67 e 100 nm, sempre com amostragens de 60 segundos de duração por etapa com 4 ciclos de amostragem (cada ciclo é composto por 4 etapas, limpeza, amostragem a montante ao filtro, limpeza e amostragem a jusante ao filtro). Nesse caso o ciclo de limpeza diz respeito ao tempo para que as partículas remanescentes na linha sejam removidas após a troca de posição de amostragem. O LAS-X-II foi utilizado para amostrar partículas com dimensões de 150, 224, 335 e 500 nm, com amostragens de 20 segundos de duração com 6 ciclos de amostragem para os meios filtrantes do tipo M5, todos os do tipo F7, do tipo F9 e o Wire Mesh, e com amostragens de 60 segundos de duração com 6 ciclos de amostragem para os meios filtrantes do tipo E11 e H13. A escolha de configurações diferentes para o E11 e H13, assim como velocidades de filtração diferentes, ocorreu devido a necessidade de maior quantidade de partículas para uma melhor avaliação, pois são meios filtrantes de alta eficiência. Segundo Lawless et al. (2000) a combinação dos tipos de contadores de partículas, SMPS e LAS-X, é uma ferramenta valiosa para a medição da concentração de partículas. Essa combinação pode ser usada para quantificar concentrações de tamanhos específicos de partículas.

## 4.3.2. Resultados dos ensaios de filtração para os meios filtrantes novos

Nesta seção estão apresentadas as curvas de eficiência em função do tamanho das partículas para todos os meios filtrantes estudados.

No que diz respeito aos resultados sobre os materiais filtrantes, as medidas permitiram analisar criticamente o comportamento dos materiais variando as condições de funcionamento e aerossóis. Os efeitos da velocidade superficial de filtração e o processo de descarga do filtro são evidentes. É possível notar, para praticamente todos os ensaios, uma espécie de lacuna nas curvas de eficiência entre os pontos de 100nm e 150 nm. Ou seja, este erro sistemático pode afetar a continuidade das curvas neste ponto, pois o LAS-X II, sendo um contador de partículas óptico, conta realmente um número de partículas que interceptam o feixe de laser, enquanto o NanoScan, sendo um contador de partículas por condensação, faz um tipo de análise da concentração de partículas na amostra.

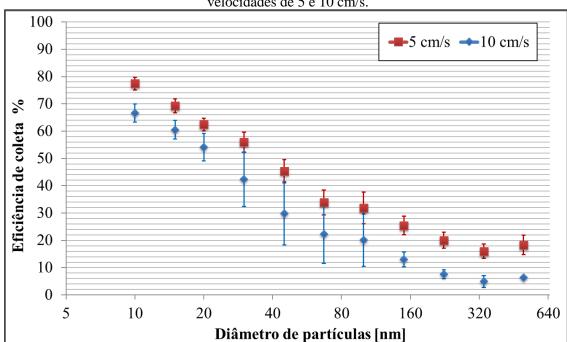
Os resultados obtidos para o meio filtrante Wire Mesh, para as duas velocidades testadas, estão contidos na Figura 41.



**Figura 41.** Eficiência para o meio filtrante Wire Mesh na faixa de tamanho de 10 a 500 nm para as velocidades de 5 e 10 cm/s.

O meio filtrante Wire Mesh se mostrou muito pouco eficiente na coleta de nanopartículas. É possivel notar um decréscimo da eficiencia de coleta do meio filtrante na faixa de partículas de 10 nm a aproximadamente 100 nm, onde ocorre predominantemente a coleta pela difusão das partículas. Isso ocorreu para as duas velocidades testadas, havendo uma pequena diminuição da eficiência de coleta com o aumento da velocidade.

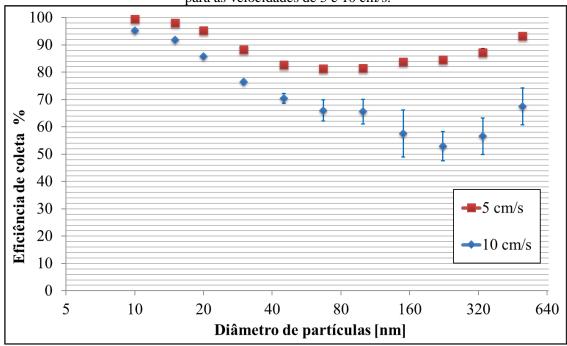
Os resultados obtidos para o meio filtrante do tipo M5, para as duas velocidades testadas, estão contidos na Figura 42.



**Figura 42.** Eficiência para o meio filtrante M5 na faixa de tamanho de 10 a 500 nm para as velocidades de 5 e 10 cm/s.

O meio filtrante M5 se mostrou com eficiência baixa para partículas nanométricas. Como a eficiência de coleta para esse meio filtrante é baixa eficiência e por ele não ser homogêneo como o Wire Mesh, foi visível o maior erro nos resultados dos testes de filtração. Se tratando do perfil das curvas de filtração, foram obtidos resultados semelhantes para o meio filtrante M5, mas nesse caso o decréscimo da eficiência de coleta foi de 10 nm até aproximadamente 335 nm.

Os resultados obtidos para o meio filtrante do tipo F7 carregado, para as duas velocidades testadas, estão contidos na Figura 43.

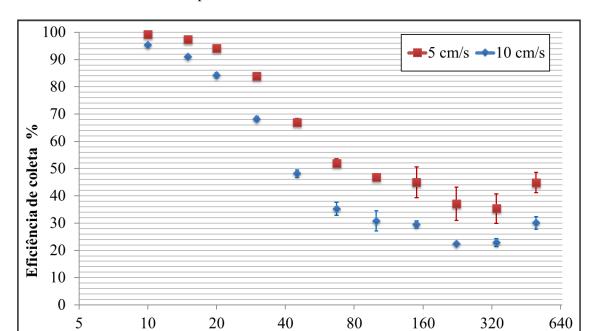


**Figura 43.** Eficiência para o meio filtrante F7 carregado na faixa de tamanho de 10 a 500 nm para as velocidades de 5 e 10 cm/s.

O meio filtrante do tipo F7 se mostrou com desempenho bom na coleta de nanopartículas, principalmente para a velocidade de filtração de 5 cm/s. Também foi possível notar valores de eficiência maiores para as menores partículas analisadas, acontecendo o decréscimo da eficiência com o aumento do tamanho de partículas até aproximadamente 100 nm. Para partículas maiores que esse tamanho a eficiência aumentou.

Os resultados obtidos para o meio filtrante do tipo F7 descarregado, para as duas velocidades testadas, estão contidos na Figura 44.

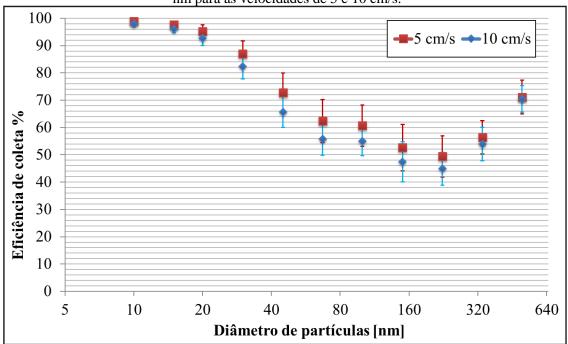
Após a perda das cargas elétricas do meio filtrante F7 a sua eficiência de coleta teve uma variação. A eficiência de coleta diminuiu para partículas maiores que 30 nm. Abaixo disso a descarga do meio filtrante não teve tanta influência. Esse meio filtrante possui eficiência de coleta de nanopartículas média.



**Figura 44.** Eficiência para o meio filtrante F7 descarregado na faixa de tamanho de 10 a 500 nm para as velocidades de 5 e 10 cm/s.

Os resultados obtidos para o meio filtrante do tipo F7 não carregado, para as duas velocidades testadas, estão contidos na Figura 45.

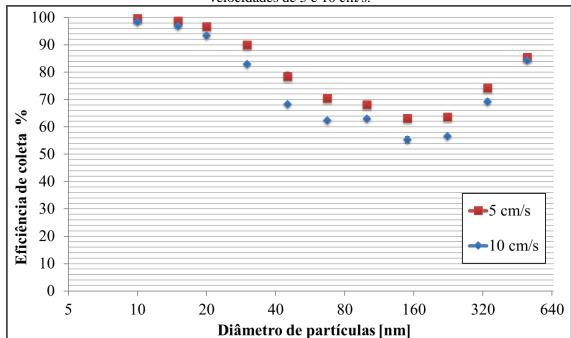
Diâmetro de partículas [nm]



**Figura 45.** Eficiência para o meio filtrante F7 não carregado na faixa de tamanho de 10 a 500 nm para as velocidades de 5 e 10 cm/s.

O meio filtrante do tipo F7 que não possuía cargas elétricas possui uma eficiência de coleta de nanopartículas média. Sua eficiência é menor se comparado ao F7 com cargas elétricas e maior se comparado ao mesmo material após a descarga. O perfil da filtração foi semelhante ao M5.

Os resultados obtidos para o meio filtrante do tipo F9, para as duas velocidades testadas, estão contidos na Figura 46.

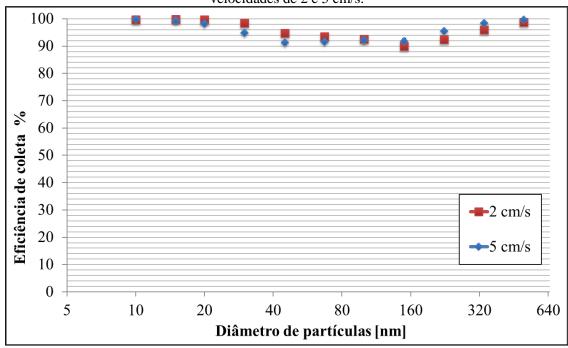


**Figura 46.** Eficiência para o meio filtrante F9 na faixa de tamanho de 10 a 500 nm para as velocidades de 5 e 10 cm/s.

O meio filtrante F9 é um meio filtrante que possui de média a alta eficiência de coleta de nanopartículas. Possui o mesmo perfil de filtração que evidencia os mecanismos de coleta de acordo com a faixa de tamanho de partículas.

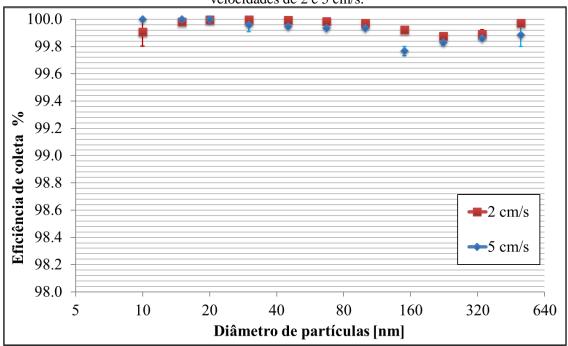
Os resultados obtidos para o meio filtrante do tipo E11, para as duas velocidades testadas, estão contidos na Figura 47.

O meio filtrante E11 possui alta eficiência de coleta de partículas nanométricas. Para essa diferença de velocidade de filtração não foi possível observar influência significativa na eficiência de coleta.



**Figura 47.** Eficiência para o meio filtrante E11 na faixa de tamanho de 10 a 500 nm para as velocidades de 2 e 5 cm/s.

Os resultados obtidos para o meio filtrante do tipo H13, para as duas velocidades testadas, estão contidos na Figura 48.



**Figura 48.** Eficiência para o meio filtrante H13 na faixa de tamanho de 10 a 500 nm para as velocidades de 2 e 5 cm/s.

O meio filtrante H13 possui eficiência de coleta de nanopartículas muito alta, acima de 99,8%. Por possui eficiência tão alta, não há diferença entre velocidades de filtração ou um perfil de filtração destacado.

A partir dos dados obtidos foi possível observar como as medições feitas com o Wire Mesh são muito mais reprodutíveis do que as feitas com outros materiais. A natureza fibrosa dos materiais filtrantes exerce influências na medida de eficiência, uma vez que são materiais não homogêneos devido ao processo de tecelagem dos quais são fabricados.

Em relação a diferença de velocidade, foram observados, na média, valores de eficiências menores para as velocidades de filtração de 10 cm/s quando comparados aos valores obtidos para a velocidade de 5 cm/s. Assim como Tang et al. (2018) que também observaram uma diminuição na eficiência de coleta com aumento da velocidade de filtração. Esse comportamento é melhor observado nos meios filtrantes com eficiências médias. Para as eficiências maiores, acima de 90%, a diferença é menor, e para as eficiências mais baixas, abaixo de aproximadamente 8%, os valores são praticamente iguais para as duas velocidades. Já para a comparação entre as velocidades de 2cm/s e 5 cm/s, é possível observar valores muito parecidos. Isso ocorre pois os meios filtrantes possuem eficiência muito alta, sempre acima dos 90% para o meio filtrante E11 e acima dos 99,8% para o meio filtrante H13. A maior explicação para o decréscimo da eficiência de filtração com o aumento da velocidade em alguns casos é o fato da partícula ter um tempo menor de difusão, uma vez que a difusão é o principal mecanismo para a eficiência de filtração abaixo de 100 nm. Já na faixa de 100-224 nm o principal mecanismo de coleta é a interceptação e, para partículas maiores que isso, o mecanismo de impactação aumenta sua ação (SACHINIDOU et al., 2017).

Foi observado para todos os ensaios realizados, com exceção do ensaio do meio filtrante E11 com velocidade de 2 cm/s, que a eficiência de filtração de 10 nm foi maior do que para as outras dimensões de partículas a medida que aumentavam. Esse fato vai de encontro com a teoria da recuperação térmica de nanopartículas desenvolvidas por Wang e Kasper (1991), onde o principal conceito é que a eficiência de filtração dos meios filtrantes fibrosos diminui na região de 10 nm por causa da velocidade de impacto excessivo das partículas. Como visto neste trabalho, e por inúmeras experiências de laboratório realizados por equipes diferentes, o fenômeno nunca foi claramente observado.

Após a conclusão dessa primeira etapa, que foram as atividades no LabFiltri do Departamento de Energia do Politecnico di Torino, foi observada uma importância muito grande se falando de experiência profissional, que se deu pela adequação dos ensaios com normas e padrões. Essa adequação ocorre para que os resultados obtidos sejam cada vez mais consistentes com a realidade do teste realizado. Essas são as principais melhorias a serem levadas para o Laboratório de Controle Ambiental do Departamento de Engenharia Química da UFSCar, pois há a necessidade da adequação dos ensaios realizados com as normas mais atuais.

Outros pontos importantes do período de atividades na Itália são a descoberta de novos equipamentos e novas abordagens com relação a procedimentos experimentais. A oportunidade de interagir com profissionais de outra cultura é algo que pode abrir a mente.

# 5. SISTEMA DE TESTES DE MEIOS FILTRANTES DO LABORATÓRIO DE CONTROLE AMBIENTAL NO DEQ/UFSCAR

Neste capítulo se apresenta a descrição do sistema de teste do Laboratório de Controle Ambiental do Departamento de Engenharia Química da UFSCar, sua qualificação, a adaptação desse sistema para a realização do carregamento do meio filtrante com pó e os ensaios de filtração com os meios filtrantes durante o aumento da queda de pressão.

## 5.1 Descrição e Qualificação do sistema de testes

A Figura 49 mostra o esquema do sistema de testes de meios filtrantes do Laboratório de Controle Ambiental do Departamento de Engenharia Química da Universidade Federal de São Carlos.

(1) (2) (14) (15) (16) (16) (17) (19) (10) (12) (13) (13) (14) (12)

**Figura 49.** Esquema de funcionamento do sistema de testes do Laboratório de Controle ambiental do DEQ/UFSCar.

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2017)

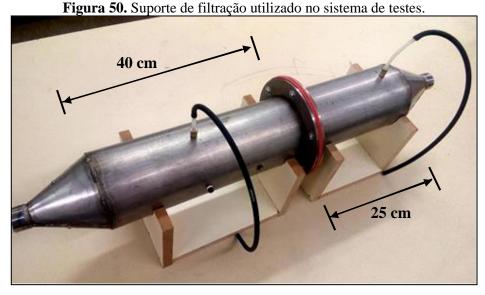
Ar é fornecido por um compressor (1) e limpo por um filtro HEPA (2). A vazão de ar é controlada por uma válvula manual (3) e medido por um rotâmetro (11). O aerossol é gerado pelo gerador de aerossol TSI (4), passa por um filtro de ar (5) e por um secador por difusão (6), onde as partículas muito grandes e excesso de umidade são retirados. O aerossol se mistura então com ar limpo passa por um neutralizador radioativo de Kr-85 (7) e prossegue para a área de filtração, onde passa pelo meio

filtrante (9), pelo rotâmetro (11) e é expelido pro ambiente (12). A queda de pressão do meio filtrante é medida por um manômetro digital (13). O ponto onde o aerossol é amostrado é determinado de acordo com a posição da válvula de 3 vias (14). O aerossol pode ser amostrado no ponto de amostragem a montante (8) ou ponto de amostragem a jusante ao meio filtrante (10). Essa amostra passa por um neutralizador radioativo de Am-241 (15) antes de chegar ao contador de partículas (16).

Nos próximos itens estão descritas e listadas todas as características pertinentes aos componentes e equipamentos utilizados no sistema de testes, assim como os testes de qualificação que foram possíveis de serem realizadas no laboratório, elaborados pelo grupo de trabalho CEN/TC 195/WG 6 do Comitê Europeu de Normalização. A qualificação do sistema é realizada para garantir a elegibilidade e reprodutividade dos resultados obtidos pelos equipamentos e sistema de teste como um todo.

### 5.1.1. Suporte de filtração

O suporte de filtração, mostrado na Figura 50, possui formato circular e diâmetro de 12,46 cm com um ângulo de transição da seção de 27,05°. A Tabela 10 mostra dados de queda de pressão variando com a velocidade superficial de filtração sem a presença do meio filtrante. Como a queda de pressão se manteve a zero com o aumento da velocidade do ar, é possível concluir que não há nada no suporte de filtração que obstrua ou influencie de alguma maneira o escoamento de ar.



(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

Tabela 10. Queda de pressão em função da velocidade superficial sem meio filtrante posicionado no suporte.

T · · ·						
Velocidade superficial (cm/s)	0.00	0.91	1.95	2.86	3.76	4.80
Queda de pressão (Pa)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

#### 5.1.2. Manômetro

O manômetro utilizado é o modelo Velocicale Air Velocity Meter Model 9555P fabricado pela TSI. É um manômetro eletrônico com resolução de 0,1 Pa e precisão de ± 1%. Sua escala de operação é de -3775 a 3735 Pa. A Figura 51 mostra o aparelho em questão.

**Figura 51.** Manômetro digital utilizado no sistema de testes.

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

# 5.1.3. Medidores de temperatura, umidade e pressão.

O aparelho utilizado para medir temperatura e umidade foi o Higro-Therm TFA 30.50000, mostrado na Figura 52. Neste caso, essas propriedades foram medidas no ambiente, uma vez que não há equipamento para realizar a medida no interior do duto de escoamento.

A pressão atmosférica onde o sistema de teste está alocado é medida por um barômetro de Torricelli. A pressão medida ainda é corrigida pela altitude. A Figura 53 mostra o barômetro de Torricelli utilizado.

THERMO
THERMO
THERMO
ANYGRO

MAX ||| RESET

Figura 52. Medidor de temperatura e umidade utilizado no sistema de testes.

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

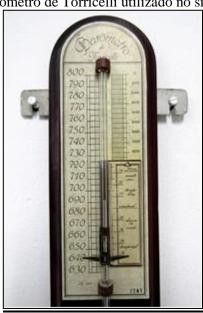


Figura 53. Barômetro de Torricelli utilizado no sistema de testes.

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

## 5.1.4. Medidor de vazão

A vazão de ar no Sistema de teste é medida com um rotâmetro de bola. O equipamento utilizado é o modelo Compact shielded flowmeter #14 fabricado pela Gilmont Instruments, mostrado na Figura 54.



Figura 54. Rotâmetro utilizado no sistema de testes.

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

#### 5.1.5. Neutralizador de aerossol

Segundo Cooper e Reist (1973), os materiais radioativos produzem ionização no ar através da emissão de núcleos de hélio (partículas alfa), elétrons (partículas beta) ou fótons de energia (raios gama). Essas partículas dissipam sua energia principalmente pela produção de íons, produzindo aproximadamente um par de íons para cada 34 eV (elétron-volts) de energia para radiação beta e 35,5 eV para radiação alfa. Devido à sua alta massa, uma partícula alfa produz ionização densa por um caminho mais direto e relativamente curto. A radiação beta associada aos elétrons produz ionização por meio de um caminho irregular e longo.

Ji et al. (2004) afirmam que a eficiência do neutralizador depende da intensidade da fonte radioativa, da taxa de geração de íons e da estrutura e formato do neutralizador. Neutralizadores comerciais são construídos para fornecer tempo de residência suficiente para o aerossol atingir o equilíbrio de suas cargas. Stommel e Riebel (2005) disseram que a radiação gera números iguais de íons positivos e negativos que carregam o aerossol. Também afirmaram que a aplicação de fontes radioativas é limitada. Além de ter altos requisitos de segurança, este tipo de fonte é econômico somente para vazões pequenas, máximo de 150 L/min, pequenas concentrações de partículas e pequena carga inicial de aerossol.

Neste sistema de testes existem dois neutralizadores, ambos radioativos. O primeiro, mostrado na Figura 55, é um neutralizador de criptônio, Kr-85, modelo 3054 fabricado em março de 1993 pela TSI. Este tipo de material possui meia vida de 10,756 anos e força da fonte de 400 Ci/g. Segundo Ji et al. (2004) as fontes radioativas de Kr-85 emitem partículas beta.

Figura 55. Neutralizador de Kr-85 utilizado no sistema de testes.



(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

O segundo neutralizador de aerossol, mostrado na Figura 56, é um neutralizador de amerício, Am-241, está inserido no interior de uma caixa de chumbo. Este tipo de material possui meia vida de 432,2 anos e força da fonte de3,5 Ci/g. Segundo Ji et al. (2004) fontes radioativas de Am-245 emitem partículas alfa.

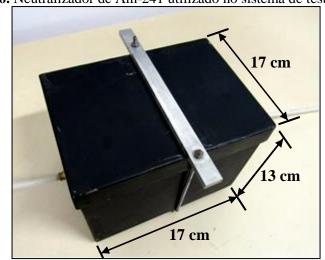
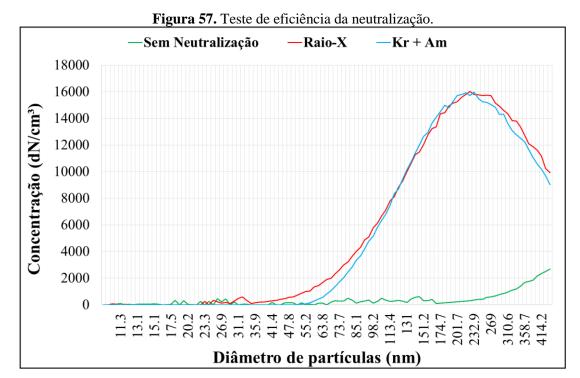


Figura 56. Neutralizador de Am-241 utilizado no sistema de testes.

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

A eficiência das fontes radioativas foi verificada no início dos ensaios de qualificação do equipamento. Nesse caso a qualificação foi realizada diferentemente da seção 4.2.3., devido à diferença do tipo de neutralização e do que estava disponível para

esse tipo de teste. Foi realizada uma amostragem com os neutralizadores de Kr-85 e Am-241 instalados como mostrado na Figura 49. Em seguida foram desligados os neutralizadores do sistema e ligado um neutralizador de raio X TSI modelo Advanced Aerosol Neutralizer 3088 e realizada uma amostragem. Antes e depois de cada amostragem com neutralização foram realizadas amostragens sem neutralização, para identificar possíveis efeitos. A comparação da amostragem é mostrada na Figura 57.



(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

Foi possivel observar a diferença da distribuição de tamanho das partículas amostradas quando houve neutralização para quando não houve neutralização. Como é esperado, a distribuição de tamanho do aerossol neutralizado atingiu o equilibrio de Boltzmann e o aerossol não neutralizado possuia uma distribuição desconhecida (JI et al., 2004). Pode-se notar uma semelhança muito grande entre os dois tipos de neutralizações utilizadas. Isso mostra a eficiencia do neutralizador radioativo utilizado normalmente, já que foi comparado a um equipamento certificado.

## 5.1.6. Sistema de geração de partículas

O gerador de partículas utilizado no sistema de testes é o 3079 Portable Atomizer Aerosol Generator fabricado pela TSI, o mesmo mostrado na Figura 16. A vazão de ar máxima de operação do gerador é de 4,2 L/min, mas normalmente é usado 1 L/min. Logo na saída do gerador é acoplado um secador por difusão de 44cm de comprimento, que utiliza como material higroscópico a sílica-gel, o qual tem o mesmo funcionamento do secador mostrado na Figura 10. O sistema de geração usado é mostrado na Figura 58.



Figura 58. Gerador de partículas e secador por difusão utilizados no sistema de testes.

. (Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

# 5.1.7. Contador de partículas

O contador de partículas utilizado no sistema de testes, mostrado na Figura 59, é o modelo 3776 fabricado pela TSI. O equipamento trabalha com duas vazões de amostragens diferentes, sendo 0,3 ou 1,5 L/min, intervalo de contagem de partículas de 1 segundo, faixa de tamanho de 2,5 a 3000 nm e uma concentração máxima permitida de 3 x 10<sup>5</sup> partículas/cm<sup>3</sup>.

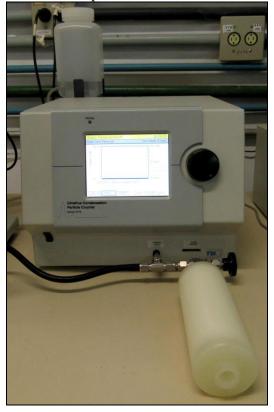
A calibração do contador de partículas foi realizada da mesma maneira como na seção 4.2.1., ou seja, utilizando um filtro absoluto instalado diretamente na entrada de ar do equipamento. Foram realizadas 10 amostragens de 60 segundos e os resultados das contagens estão apresentados na Tabela 11. É possível observar que não houve a presença de nenhuma partícula nas contagens, que significa um sistema limpo e livre de contaminantes.

**Tabela 11.** Total de partículas contadas por amostragem.

Amostragem	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Total de partículas	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

Figura 59. Contador de partículas utilizado no sistema de testes.



(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

## 5.1.8. Seletor de tamanho de partículas

O seletor de tamanho de partículas utilizado no sistema de testes, mostrado na Figura 60, é o modelo 3080L fabricado pela TSI. O equipamento suporta vazões de

amostragens na faixa de 0 a 3 L/min, vazões de diluição na faixa de 0 a 30 L/min, faixa de tamanho de 10 a 1000 nm e uma concentração máxima permitida de  $10^8$  partículas/cm³ para o tamanho de 10 nm.

A calibração do seletor de tamanho de partículas foi realizada da mesma forma como na seção 4.2.2. O material de tamanho padrão utilizado foi o PSL (Polystyrene Latex Spheres) de tamanho médio de 98nm. Foram realizadas 7 amostragens de 60 segundos e os resultados das contagens estão apresentados na Tabela 12.

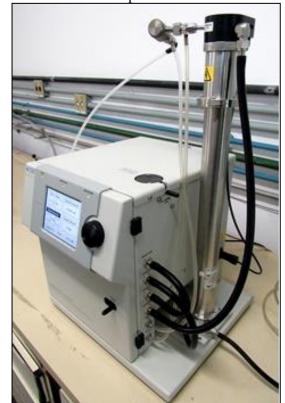


Figura 60. Seletor de diametro de partículas utilizado no sistema de testes.

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

Tabela 12. Diâmetro de partículas medidas.

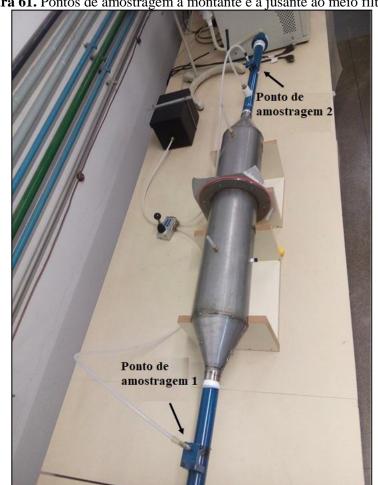
Amostragem	Diâmetro de referência (nm)	Diâmetro amostrado (nm)	Diferença (%)
1	98	100.873	2.932
2	98	98.985	1.005
3	98	99.547	1.579
4	98	97.079	0.940
5	98	99.754	1.790
6	98	98.656	0.670
7	98	99.717	1.752

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

O valor obtido de todas as amostragens variou entre 0,67% e 2,93% em relação ao tamanho padrão utilizado. Este valor é adequado, pois é inferior a 5%.

## 5.1.9. Sistema de amostragem de aerossol

A amostragem de aerossol foi realizada a montante e a jusante do meio filtrante, alternadamente. O primeiro ponto de amostragem localiza-se imediatamente antes da seção de transição divergente e o segundo pouco depois da seção de transição convergente. A escolha do ponto de amostragem no sistema é realizada através de uma válvula de 3 vias. A Figura 61 mostra os pontos de amostragem.



**Figura 61.** Pontos de amostragem a montante e a jusante ao meio filtrante.

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

### 5.1.10. Outros testes de qualificação

Os testes de eficiência de filtração e todos os outros testes realizados neste sistema são realizados usando um contador de partículas, que mede a quantidade de partículas nos dois locais de amostragem alternadamente. As mangueiras de amostragem são de polietileno, possuem diâmetro interno de 0,43cm e uma vazão de 0,2 a 1,5 L/min. O tempo de limpeza dessas linhas de amostragem entre a mudança entre um ponto de amostragem e outro é de no mínimo 15 segundos.

Nos próximos itens estão descritos os testes de qualificação do sistema de testes que foram possíveis.

#### 5.1.10.1. Teste de vazamento de ar

O teste de pureza e de vazamentos de ar foram realizados medindo a concentração de partículas a montante do meio filtrante com o gerador de aerossol desligado. Foram realizadas 10 amostragens de 60 segundos e os resultados das contagens estão apresentados na Tabela 13. Neste teste é requerido no máximo 10 contagens por minuto.

**Tabela 13.** Total de partículas contadas por amostragem no teste de vazamento de ar.

Amostragem	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Total de partículas	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

É possível observar que não houve a presença de nenhuma partícula nas contagens, isso significa que não há a presença de vazamentos no sistema e que nenhum contaminante externo entrará no sistema.

# **5.1.10.2.** Teste de contagem zero de partículas

O teste de contagem zero de partículas foi realizado medindo a concentração de partículas a jusante do meio filtrante com o gerador de aerossol desligado. Foram

realizadas 10 amostragens de 60 segundos e os resultados das contagens estão apresentados na Tabela 14. Neste teste é requerido no máximo 10 contagens por minuto.

Tabela 14. Total de partículas contadas por amostragem no teste de contagem zero.

									6.	
Amostragem	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Total de partículas	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

É possível observar que não houve a presença de nenhuma partícula nas contagens, que significa um sistema limpo e livre de contaminantes.

# 5.1.10.3. Teste de 100% de eficiência

Para este teste devem ser utilizados meios filtrantes com classificação H13 (filtros absolutos) de acordo com a EN 1822. Devem ser medidos o tamanho de partícula mais penetrante (MPPS) para assegurar que a metodologia do teste funcione para filtros de alta eficiência.

O teste de 100% de eficiência foi realizado com partículas geradas a partir de DEHS puro e um filtro HEPA. O tamanho médio das partículas registadas foi de 190,83 ± 0,73 nm para uma amostragem de partículas na faixa 20,2 a 371,8 nm. A Tabela 15 mostra o MPPS, a eficiência de filtração em MPPS e a eficiência global de filtração global para cada teste realizado.

**Tabela 15.** Resultados do teste de 100% de eficiência.

MPPS (nm):	145.9	135.8	310.6	216.7
Velocidade superficial (cm/s)	4.79	4.79	4.79	4.79
Eficiencia de filtração para o MPPS (%)	99.973	99.873	99.641	99.914
Eficiencia global de filtração (%)	99.997	99.992	99.970	99.990

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

Os resultados obtidos mostram que o sistema opera de forma adequada, uma vez que testes com filtros absolutos são sempre um bom indicativo de bom funcionamento, já que esse tipo de meio filtrante sempre terá resultados muito próximos de 100%.

### 5.1.10.4. Verificação de queda de pressão usando o Wire Mesh

A queda de pressão deve ser verificada usando o Wire Mesh, que é considerado como um meio filtrante altamente uniforme. Dessa maneira a queda de pressão do meio filtrante deve ser facilmente reproduzível. Os resultados da queda de pressão variando a velocidade de ar estão contidos na Tabela 16.

**Tabela 16.** Queda de pressão do Wire Mesh em função da velocidade superficial.

Velocidade	0.00	0.91	1.94	2.85	3.75	4.79	5.05
superficial (cm/s)	0.00	0.91	1.94	2.63	3.73	4.79	3.03
Queda de pressão	0.0 ±	11.4 ±	24.2 ±	35.1 ±	46.4 ±	59.2 ±	62.87 ±
(Pa)	0.00	0.06	0.20	0.06	0.00	0.15	0.15

(Fonte: Arquivo Pessoal, 2016)

Como esse meio filtrante foi utilizado anteriormente, foi possível comparar a queda de pressão na velocidade de 5 cm/s em dois laboratórios diferentes. A diferença entre os dados obtidos nos dois sistemas de teste foi de cerca de 4%.

#### 5.1.11. Comentários adicionais

Os testes de uniformidade da velocidade e de concentração de partículas não foram realizados devido à falta de equipamentos adequados. Quanto à velocidade, há um distribuidor na entrada da seção de transição divergente para padronizar o escoamento. Consequentemente, acredita-se que a concentração de partículas é distribuída uniformemente com o escoamento de ar.

Quanto ao classificador e contador de partículas, houve uma dificuldade com o uso de partículas de tamanho padrão. Os resultados obtidos com as soluções feitas com estas partículas foram satisfatórios, uma vez que o diâmetro amostrado teve pequena variação em relação ao tamanho de partículas padrão utilizado. Para minimizar erros em medições o fabricante do equipamento sugere a substituição das mangueiras de amostragem de partículas para mangueiras feitas de um material que não retenha partículas com carga elétrica. Foi encontrado um problema nas medições de partículas quando se utilizou o DEHS em solução aquosa, nesse caso não foi possível uma leitura confiável das partículas. Porém, quando utilizado o DEHS puro ou solução de Álcool

isopropílico e DEHS, a curva de distribuição de tamanho foi o esperado, pois apresentou o perfil do equilíbrio de Boltzmann.

Em relação aos testes que foram realizados, todos se mostraram dentro do esperado para um bom funcionamento de um sistema de testes, já que não houve nenhuma anormalidade como vazamentos ou contaminações no sistema.

# 5.2. Desempenho de meios filtrantes na filtração de nanopartículas durante o processo de carregamento com pó

Perante as atividades previamente realizadas foi identificada, junto a revisão da literatura e a tendência de estudos relacionados a nanopartículas, a falta de estudos de desempenho de meios filtrantes na filtração de partículas nanométricas durante o seu uso, ou seja, durante o aumento de sua queda de pressão. Atualmente existem alguns trabalhos que estudam esse tipo de filtração, porém, estudam filtros e não meios filtrantes, além de não abordarem partículas na escala nanométrica.

#### 5.2.1. Projeto e construção do alimentador de pó

Para este tipo de experimento se fez necessário uma adaptação no sistema de testes do Laboratório de Controle Ambiental do Departamento de Engenharia Química da UFSCar, mostrado na seção 5.1. Para esta adaptação foi construído, de acordo com a ISO 16890:3 (2016), um alimentador de pó conforme mostra a Figura 62.

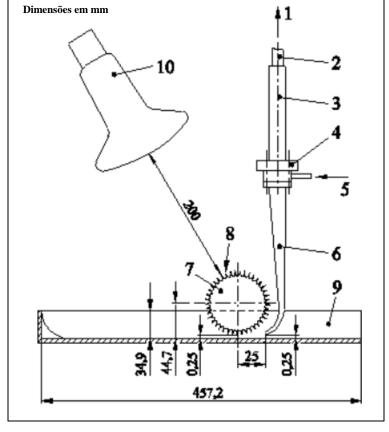


Figura 62. Esquema geral do alimentador de pó e suas dimensões críticas.

(Fonte: ISO 16890:3, 2016)

Onde (1) é o tubo de conexão com o duto de testes, (2) o conduíte galvanizado de parede fina, (3) o ejetor Venturi, (4) o ejetor, (5) a alimentação de ar comprimido seco, (6) o tubo de coleta de poeira, (7) a roda dentada com diâmetro de 88,9 mm e 114,3 mm de comprimento, (8) os dentes da roda com 60 dentes de 5 mm, (9) a bandeja de poeira e (10) a lâmpada refletora infravermelho de 150W.

As especificações do a) Tubo de coleta de poeira, b) Ejetor e c) Ejetor Venturi estão apresentadas na Figura 63. As partes que ficam em contato direto com o pó em movimento, no caso o tubo de coleta e ejetores, foram construídas com aço inoxidável, pois devem ser capazes de suportar temperaturas elevadas e corrosão. As partes restantes foram construídas com alumínio, pois não necessitam da mesma resistência e assim teriam menor peso e custo.

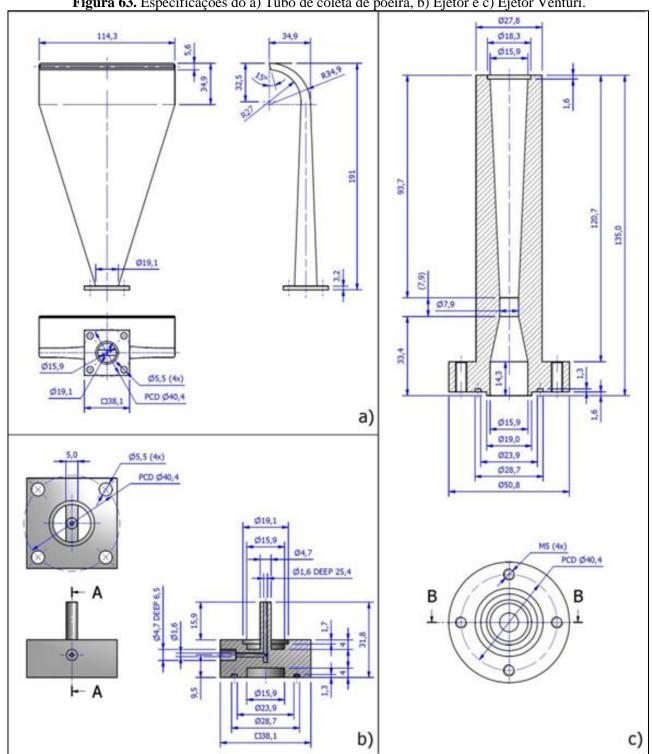
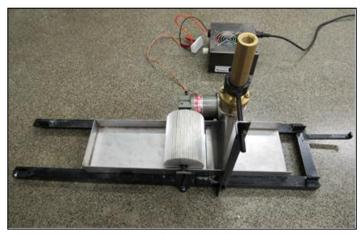


Figura 63. Especificações do a) Tubo de coleta de poeira, b) Ejetor e c) Ejetor Venturi.

(Fonte: ISO 16890:3, 2016)

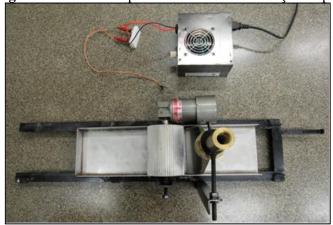
Ao alimentador de pó é acoplado um motor marca DIACTI Modelo DN-20 e uma fonte de alimentação marca Clone modelo ATX, ambos responsáveis por rotacionar a roda dentada. As Figuras 64, 65 e 66 mostram o sistema de alimentação de pó de diferentes ângulos.

Figura 64. Vista lateral do sistema de alimentação de pó.



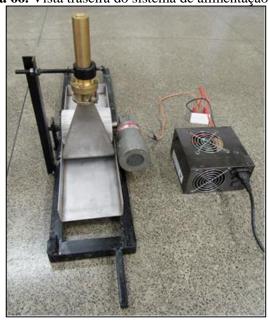
(Fonte: Arquivos pessoais, 2018)

Figura 65. Vista do topo do sistema de alimentação de pó.



(Fonte: Arquivos pessoais, 2018)

Figura 66. Vista traseira do sistema de alimentação de pó.



(Fonte: Arquivos pessoais, 2018)

Além do alimentador de pó foi necessária a inclusão de um plenum na linha de testes. O plenum, utilizado para a homogeneização do ar com o pó, foi construído de aço inoxidável com as dimensões de 35x35x35 cm, como mostra a Figura 67. A Figura 68 mostra o interior do plenum, onde é possível observar uma sonda por onde o pó é lançado à vazão de ar.

Figura 67. Plenum.



(Fonte: Arquivos pessoais, 2018)

Figura 68. Interior do plenum.



(Fonte: Arquivos pessoais, 2018)

Com a adaptação desses novos componentes na linha de testes do Laboratório de Controle Ambiental da UFSCar, o esquema mostrado na Figura 49 é transformado no

esquema mostrado na Figura 69. Foram inseridos o alimentador de pó (19), alimentado por ar proveniente de um compressor (17) limpo por um filtro de ar (18), e o plenum (20). Devido as características construtivas do alimentador de pó o ar nele alimentado gera uma sucção, que se encarrega de sugar o pó e enviá-lo ao sistema de testes.

ambiental do DEQ/UFSCar após a adaptação com o sistema de alimentação de pó.

**Figura 69.** Esquema de funcionamento do sistema de testes do Laboratório de Controle ambiental do DEQ/UFSCar após a adaptação com o sistema de alimentação de pó.

(Fonte: Arquivos pessoais, 2018)

### 5.2.2. Ensaios de filtração e carregamento com pó dos meios filtrantes

Após a adaptação do sistema foram realizados os ensaios de filtração com os meios filtrantes selecionados aumentando sua queda de pressão e analisando seu desempenho durante esse processo. Nesta seção estão os meios filtrantes usados, procedimento experimental utilizado e resultados obtidos.

# 5.2.2.1. Meios filtrantes utilizados na filtração de nanopartículas durante o processo de carregamento com pó

Para esta etapa do trabalho foram utilizados dois meios filtrantes, um meio filtrante classificado como do tipo E11, já utilizado anteriormente e mostrado na Figura 38, e um meio filtrante com substrato de celulose e recoberto de nanofibras, mostrado na Figura 70. A espessura, medida com um paquímetro, do meio filtrante do tipo E11 é de 0,6 mm e do meio filtrante de nanofibras é de 0,4 mm.

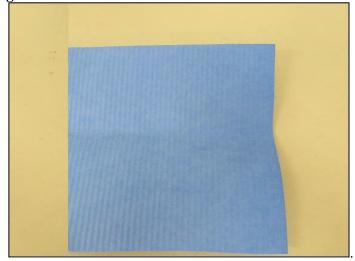


Figura 70. Meio filtrante de celulose recoberto com nanofibras.

(Fonte: Arquivos pessoais, 2018)

Foi realizada a caracterização desses meios filtrantes através de imagens de microscopia eletrônica e da determinação da permeabilidade dos mesmos. Foi utilizado o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) Philips XL-30 FEG do Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) do Departamento de Engenharia de Materiais da UFSCar para obtenção de imagens de cada meio filtrante e o software gratuito de análise de imagens "ImageJ 1.52" com auxílio do plugin "DiameterJ 1.018", desenvolvido pelo Instituto Nacional de Padrões e Tecnologia dos Estados Unidos (NIST), para determinação dos valores de diâmetros e poros dos meios filtrantes. O funcionamento do software é descrito como método automatizado por Salussoglia et al. (2016). É válido salientar que esse plugin é uma ferramenta de caracterização de diâmetros de nanofibras validada (HOTALING et al., 2015). Segundo seu desenvolvedor, imagens com fibras menores que 10 pixels produzem resultados com 10% de erro e as imagens analisadas devem possuir fibras menores que 512 pixels em diâmetro.

A Figura 71 mostra a imagem de ambos os meios filtrantes aumentadas em 1000 vezes a fim de ilustração e comparação entre os mesmos.

É possível observar na Figura 71 a diferença entre os meios filtrantes, onde o E11 possui fibras muito maiores que o meio filtrante de nanofibras. A semelhança se dá pela orientação das fibras, onde não há uma orientação específica ou homogeneidade entre elas. Em (a) é possível observar fibras de diversos tamanhos e disposições, bem como fibras quebradas. Em (b) são observadas fibras aparentemente mais homogêneas quanto ao seu tamanho. Para esse meio filtrante em questão é notável algumas marcas

esbranquiçadas em sua superfície, o que é explicado pelo fato de ser um meio filtrante corrugado e haver a incidência de luz do microscópio nas angulações da amostra do meio filtrante.

Acc.V Spot Magn 10.0 kV 3.0 1000x BSE 10.0 UFSCar - DEMa-LCE-FEG 10.0 kV 3.0 1000x BSE 10.9 UFSCar - DEMa-LCE-FEG (b)

**Figura 71.** Meio filtrante do tipo E11 (a) e meio filtrante de nanofibras (b) aumentados em 1000

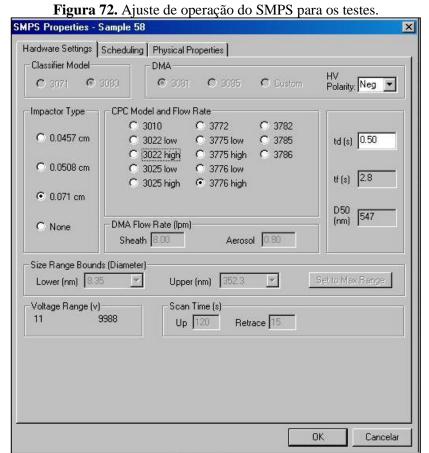
(Fonte: Arquivos pessoais, 2018)

Os ensaios para a determinação da permeabilidade dos meios filtrantes foram realizados variando a vazão de ar entre 0 L/min e 40 L/min, o que equivale uma faixa de velocidade superficial do ar de 0 a 0,052 m/s, sem a injeção de material particulado. Os dados da queda de pressão foram adquiridos com o manômetro mostrado na Figura 51. Com esses dados foi possível a construção de um gráfico  $\Delta P/L \times u$  e determinação da equação da reta construída. Essa equação foi confrontada com a Equação 10, a fim de determinar a constante de permeabilidade  $k_1$ .

$$\frac{\Delta_{\mathbf{p}}}{L} = \frac{\mu \mathbf{u}}{\mathbf{k_1}} \; ; \qquad \left[ \text{Pa/m} = \text{Pa*s} * (\text{m/s}) / \text{m}^2 \right]$$
 (10)

#### 5.2.2.2. Ensaios de filtração e carregamento do meio filtrante

Os ensaios de filtração foram realizados no sistema de testes mostrado na Figura 70, porém, o alimentador de pó (17) foi desligado do sistema para que nenhum pó contaminasse as linhas de amostragens (8) e (10) e/ou danificassem o SMPS (16) e também para que o aerossol gerado não tomasse um caminho contrário e fosse expelido pelo alimentador de pó. O aerossol foi gerado a partir de DEHS diluído em álcool isopropílico (0,1% em massa) como fonte de partículas e inserido na vazão de ar limpo no interior do duto. A velocidade de filtração utilizada foi de 5 cm/s e com o SMPS ajustado para mensurar partículas na faixa de 8,51 a 346 nm. Porém, foram consideradas as partículas dos diâmetros de 20, 30, 45, 66, 100, 150, 224 e 335 nm, pois são os tamanhos de partículas considerados na primeira parte do trabalho que foram possíveis de realizar a amostragem. As amostragens foram realizadas durante 120 segundos a jusante e a montante do meio filtrante intercaladamente. A Figura 72 mostra o ajuste do SMPS para operar na faixa de tamanho de partículas mencionada e a Figura 73 mostra a distribuição de tamanho das partículas geradas.



(Fonte: Arquivos pessoais, 2018)

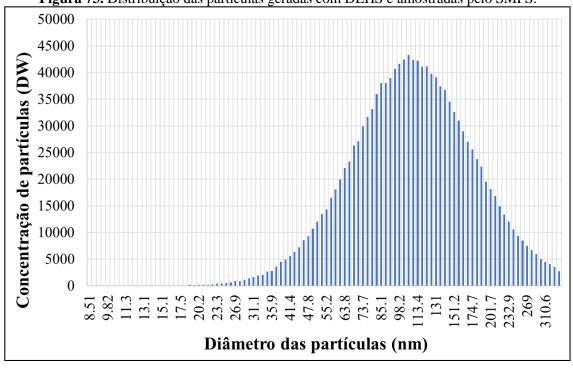


Figura 73. Distribuição das partículas geradas com DEHS e amostradas pelo SMPS.

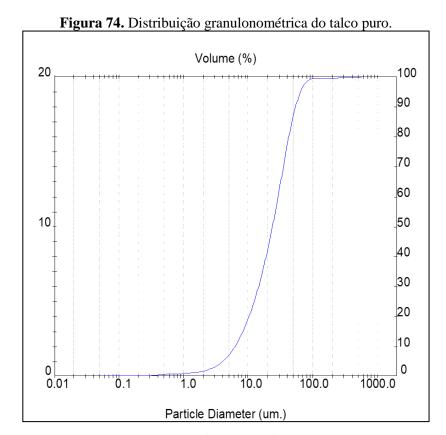
(Fonte: Arquivos pessoais, 2018)

Antes do início de cada ensaio foram determinados os coeficientes de correlação conforme a seção 3.3.1 e Equação 6.

Primeiramente foi mensurada a eficiência de coleta dos meios filtrantes novos. Após esse processo, o alimentador de pó foi ligado ao sistema de testes e os pontos de amostragem a jusante (8) e a montante (10) foram fechados, pelo mesmo motivo de evitar a contaminação das linhas de amostragem e a danificação do SMPS. A alimentação de pó ocorreu até que a queda de pressão atingisse o primeiro valor estipulado, onde o alimentador de pó foi novamente desligado da linha de testes para o ensaio de eficiência de coleta de nanoparticulas dos meios filtrantes. Esse processo foi repetido até que fosse atingida a queda de pressão final.

Para que se atinjam todas as quedas de pressão estipuladas para cada meio filtrante, foi realizado o carregamento dos meios filtrantes com talco puro. Foi utilizado um material com características diferentes das do material usado para os ensaios de eficiência, pois torna o processo possível de ser realizado com relação ao tempo, uma vez que com nanopartículas geradas através de um aerossol liquido a queda de pressão dos meios filtrantes levaria um tempo muito maior para atingir os valores esperados. O talco puro utilizado é do fabricante LabSynth Produtos para Laboratório LTDA. A escolha desse material deu-se pela sua compatibilidade com o equipamento de filtração

e por ser um material de fácil arraste pela corrente gasosa no interior dos dutos. Sua densidade é de 2,804 g/cm³, obtida por um picnômetro, seu diâmetro médio volumétrico é de 28,35 μm e seu diâmetro médio de Stokes de 10,03 μm. Ambos os valores de diâmetro foram obtidos pelo equipamento Malvern MasterSizer MicroPlus (MAF 5001) do departamento de Engenharia Química da UFSCar (LIMA, 2015). A Figura 74 mostra a distribuição granulométrica do talco puro.



(Fonte: Arquivos pessoais, 2015)

Para os ensaios de filtração e carregamento com pó foram utilizados 3 amostras de cada meio filtrante. O meio filtrante do tipo E11 possui queda de pressão inicial entre 60 e 62 Pa, dependendo da amostra, então foram realizados os testes de eficiência de coleta para os valores de queda de pressão de 65, 75, 85, 95 e 105 Pa. Já o meio filtrante de nanofibras possui queda de pressão inicial entre 118 e 120 Pa, dependendo da amostra, sendo assim, foram realizados os testes de eficiência de coleta para os valores de queda de pressão de 120, 125, 130, 135 e 140 Pa. Para cada um dos testes de eficiência de coleta para cada amostra de meio filtrante foram realizadas tréplicas.

A Tabela 17 mostra as configurações dos testes de eficiência de coleta realizados nesta etapa do trabalho.

Tabela 17. Parâmetros dos testes de filtração.

Meio Filtrante	Número de amostras	ΔP inicial (Pa)	ΔP após carregamento (Pa)	Velocidade superficial (cm/s)	Aerossol
E11	3	65	75, 85, 95 e 105	5	IPA+DEHS
Nanofibras	3	120	125, 130, 135 e 140	3	0,1%

# 5.2.2.3. Resultados dos ensaios de filtração durante o aumento da queda de pressão dos meios filtrantes

Esta seção apresenta os resultados obtidos para os materiais testados. Estão apresentados os resultados de caracterização dos meios filtrantes e os resultados da filtração durante o aumento da queda de pressão dos meios filtrantes.

### 5.2.2.3.1. Caracterização dos meios filtrantes

A partir da análise das imagens dos meios filtrantes foram obtidos valores de diâmetro médio das fibras, diâmetros mínimo e máximo das fibras e diâmetro de fibras com maior frequência para ambos os meios filtrantes. Esses valores estão contidos na Tabela 18.

**Tabela 18.** Diâmetros medidos por análise de imagens do meio filtrante de nanofibras e do meio filtrante do tipo E11.

	MF de	MF do tipo
	Nanofibras	E11
Diâmetro médio (nm)	182.27	4408.38
Desvio padrão (nm)	82.26	2693.89
Diâmetro mínimo (nm)	17.00	16.95
Diâmetro máximo (nm)	678.00	10847.46
Diâmetro de maior frequência (nm)	135.60	2372.88

Foram medidos 21901 diâmetros de fibras do meio filtrante de nanofibras, onde foi encontrado um valor médio de 182 nm e uma diferença entre os tamanhos mínimo e máximo das fibras de 661 nm. O diâmetro médio das fibras desse meio filtrante se

assemelha ao encontrado por Salussoglia et al. (2016), que foi de  $170 \pm 90$  nm. Para o meio filtrante do tipo E11 foram medidos 4884 diâmetros de fibras, onde foi encontrado um valor médio de 4408 nm e uma diferença entre os tamanhos mínimo e máximo das fibras de aproximadamente 10830 nm. Portanto, é possível observar que o meio filtrante é um meio filtrante mais homogêneo quanto ao tamanho das fibras, já que sua totalidade de fibras têm tamanhos mais próximos. Já o meio filtrante do tipo E11 possui fibras muito mais diferentes em questão de seus diâmetros, pois suas fibras vão de um valor muito pequeno até um diâmetro muito grande. Em relação a quantidade de diâmetros medidos, foi mensurada uma quantidade diferente de diâmetros de fibras para cada meio filtrante pois a análise realizada pelo software se dá pelas fibras da superfície, ou seja, as fibras aparentes num primeiro plano. Sendo assim, o número de fibras na superfície do meio filtrante de nanofibras é muito maior que o número de fibras na superfície do meio filtrante do tipo E11.

Através da análise das imagens com o software também foram determinados os valores de área de poros média e áreas mínima e máxima de poros para cada meio filtrante. Esses valores estão contidos na Tabela 19.

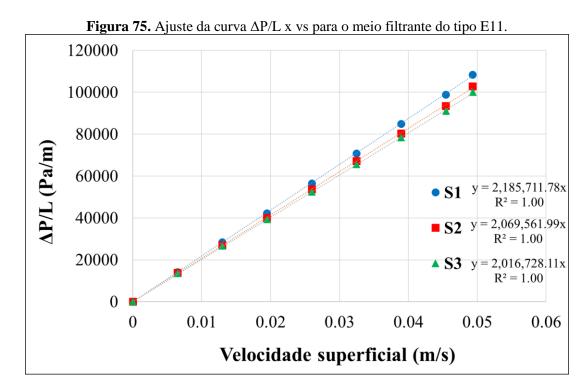
**Tabela 19.** Área de poros medidas por análise de imagens do meio filtrante de nanofibras e do meio filtrante do tipo E11.

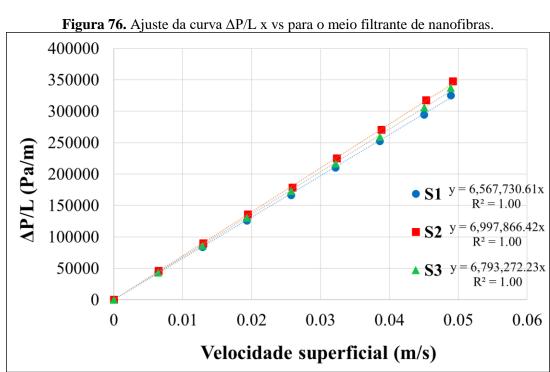
	MF de nanofibras	MF do tipo E11
Área média de poros (µm²)	0.2347	269.8873
Desvio Padrão (µm²)	0.3147	256.7010
Área mínima de poros (µm²)	0.0019	2.9015
Área máxima de poros (µm²)	2.4289	652.0253

É notável a diferença dos tamanhos dos poros entre os meios filtrantes. O meio filtrante de nanofibras possui uma quantidade muito grande de poros com área média de  $0.24\pm0.31~\mu\text{m}^2$ . Já o meio filtrante do tipo E11 possui uma quantidade pequena de poros com área média de  $270\pm256~\mu\text{m}^2$ . Para ambos os meios filtrantes a variação entre os tamanhos de poros foi grande.

Os ensaios de permeabilidade dos meios filtrantes foram realizados variando a velocidade superficial do ar entre aproximadamente 0,00 e 0,05 m/s. Os testes foram feitos em triplicata para três amostras (S1, S2 e S3) dos dois meios filtrantes. A partir dos resultados obtidos, foram construídas curvas da queda de pressão dos meios filtrantes em função da velocidade superficial do ar, de acordo com a Equação 10. As

Figuras 75 e 76 mostram essas curvas para os meios do tipo E11 e de nanofibras, respectivamente.





A partir das curvas de  $\Delta p/L$  dos meios filtrantes em função da velocidade superficial do ar foi realizado um ajuste do tipo y = bx e este foi confrontado com a

Equação 10. Ou seja, y representa  $\Delta p/L$  e x representa a velocidade superficial. Com isso foi possível calcular o valor da constante de permeabilidade  $k_1$  para os meios filtrantes. A Tabela 20 mostra os valores de  $k_1$  para o meio filtrante do tipo E11 e o meio filtrante de nanofibras.

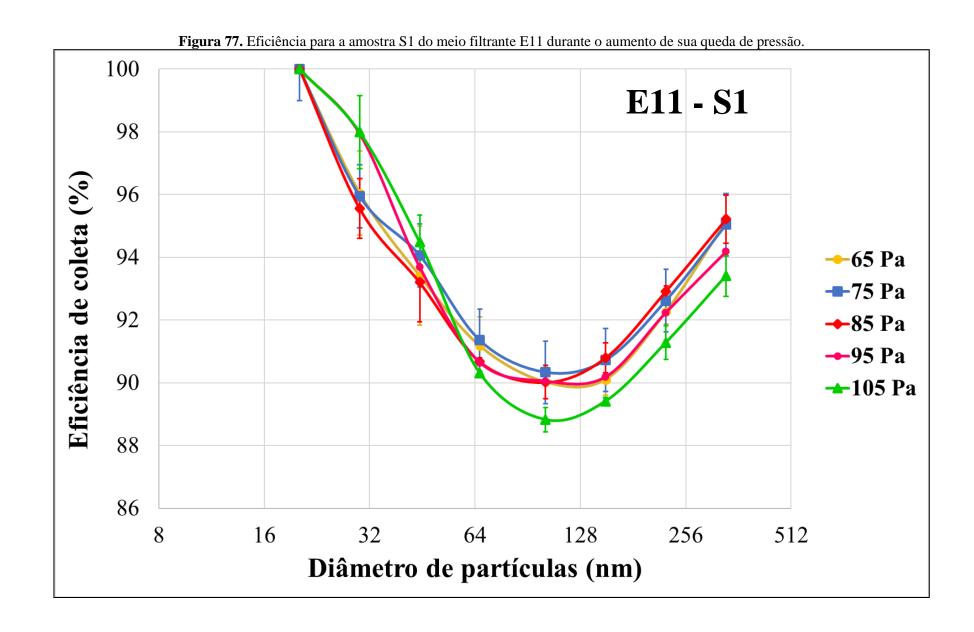
**Tabela 20.** Constantes de permeabilidade k<sub>1</sub> calculadas para cada amostras dos meios filtrantes do tipo E11 e de nanofibras bem como os desvios padrões.

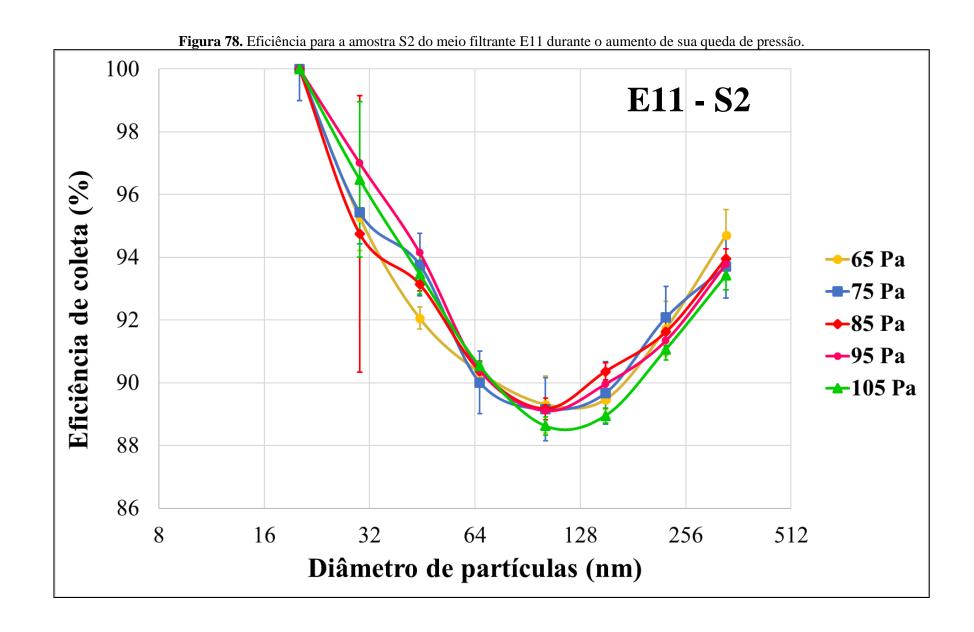
	<b>E</b> .	11	Nano	fibras
	$k_1(m^2)$ $\sigma(m^2)$		k <sub>1</sub> (m <sup>2</sup> )	$\sigma (m^2)$
S1	7.96E-12	4.68E-15	2.65E-12	2.35E-15
S2	8.41E-12	1.58E-14	2.49E-12	4.38E-15
<b>S3</b>	8.63E-12	2.28E-14	2.56E-12	1.46E-16
Média	8.33E-12	2.95E-13	2.57E-12	7.06E-14

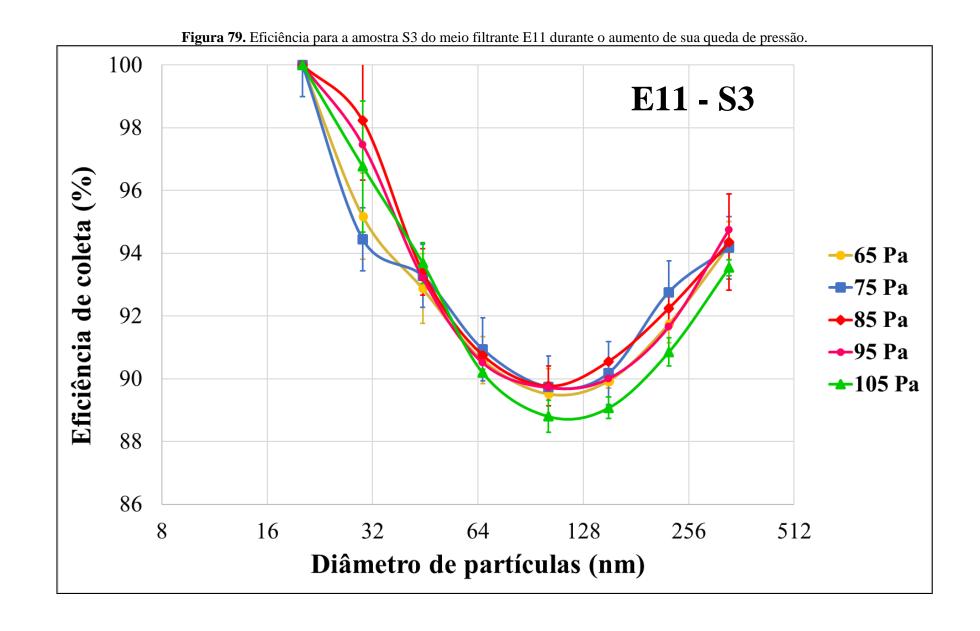
Pode-se concluir que o meio filtrante do tipo E11 é mais permeável que o meio filtrante de nanofibras, pois possui valor maior da constante Darciana. Para o meio filtrante do tipo E11 analisado o valor de  $k_1$  foi de  $8,33E-12\pm2,95E-13$  m² e para o meio filtrante de nanofibras o valor de  $k_1$  foi de  $2,57E-12\pm7,06E-14$  m². Quanto mais permeável, mais significativa a filtração de profundidade. Quanto menor a permeabilidade, mais significativa a filtração superficial. Osório (2006) observou que meios filtrantes mais permeáveis têm a capacidade de absorver mais partículas e o menos permeável retém a maior parte das partículas em sua superfície.

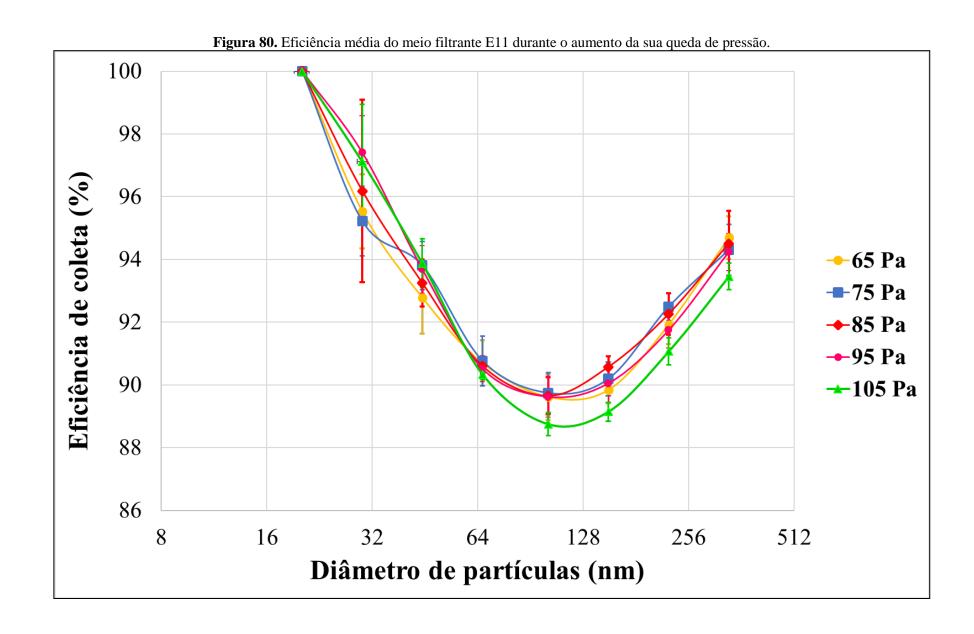
# 5.2.2.3.2. Eficiência de filtração durante o aumento da queda de pressão dos meios filtrantes

Os resultados obtidos para o meio filtrante do tipo E11 estão apresentados a seguir. As Figuras 77, 78 e 79 apresentam os resultados para as três amostras, S1, S2 e S3, do meio filtrante em questão, respectivamente. A Figura 80 mostra a média das 3 amostras do meio filtrante do tipo E11.









A partir dos dados obtidos para o meio filtrante do tipo E11 foi possível observar o comportamento da eficiência de filtração com o aumento da queda de pressão. Dentro da faixa de tamanho analisada, é possível observar que a eficiência de coleta para o  $\Delta p$  de 65 Pa vai de 100% para partículas de 20 nm até cerca de 94% para partículas de 335 nm, passando pelo MPPS de cerca de 100 nm onde a eficiência foi de aproximadamente 90%. A eficiência de coleta para o  $\Delta p$  de 75 Pa se manteve praticamente a mesma na faixa de 20 a 30 nm e teve um leve aumento acima de 30 nm. A eficiência de coleta para o  $\Delta p$  de 85 Pa teve um leve aumento na faixa de 20 a 100 nm e um aumento um pouco mais expressivo acima de 100 nm. A eficiência de coleta para o  $\Delta p$  de 95 Pa teve os maiores aumentos na faixa de 20 a 45 nm e se manteve com a eficiência praticamente igual aos valores obtidos com o  $\Delta p$  inicial acima de 45 nm. A eficiência de coleta para o  $\Delta p$  máximo de 105 Pa teve valores semelhantes aos observados para o  $\Delta p$  de 95 Pa na faixa de 20 a 45 nm e obteve os menores valores entre todas as curvas acima de 66 nm.

De um modo geral, é possível afirmar que na faixa de aproximadamente 20 a 60 nm a eficiência de coleta aumentou com o aumento da queda de pressão, a partir de 85 Pa, tendo um aumento de no máximo 2%. Para partículas maiores que 60 nm há um pequeno aumento da eficiência de coleta com o aumento da queda de pressão do meio filtrante, entre 75 e 95 Pa, porém nada muito significativo (aproximadamente 1% de aumento na eficiência). Para essa mesma faixa de tamanho foi observado eficiência de filtração menor para o Δp máximo analisado, chegando a uma queda de pouco mais de 1% na eficiência de coleta para o MPPS.

Portanto, é possível notar uma tendência onde a eficiência de coleta aumenta até uma queda de pressão intermediária, nesse caso 85 Pa, e começa a diminuir à medida que se aproxima a queda de pressão máxima, onde nesse caso foi menor que a obtida inicialmente. Sendo assim, o meio filtrante do tipo E11 é melhor indicado para uso até que atinja uma queda de pressão intermediária, levando em consideração apenas a melhora da eficiência de coleta. Para uma avaliação mais completa é necessário realizar uma análise de custo-benefício, a fim de constatar se o gasto energético com o aumento da queda de pressão justifica o aumento da eficiência no processo. Mas isso deve ser analisado caso a caso, dependendo de cada processo.

A Figura 81 mostra uma imagem do meio filtrante do tipo E11 após o processo todo de filtração aumentada em 1000 vezes. Na imagem é possível observar algumas partículas aderidas nas fibras, que comprova a firmação de Osório (2006), já que as partículas são captadas no interior do meio filtrante pelas fibras.

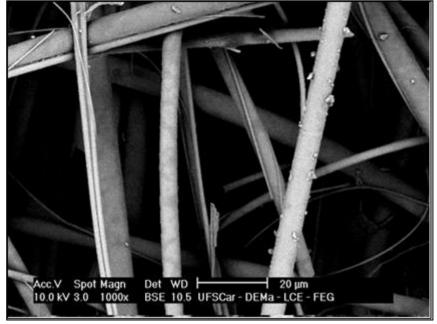


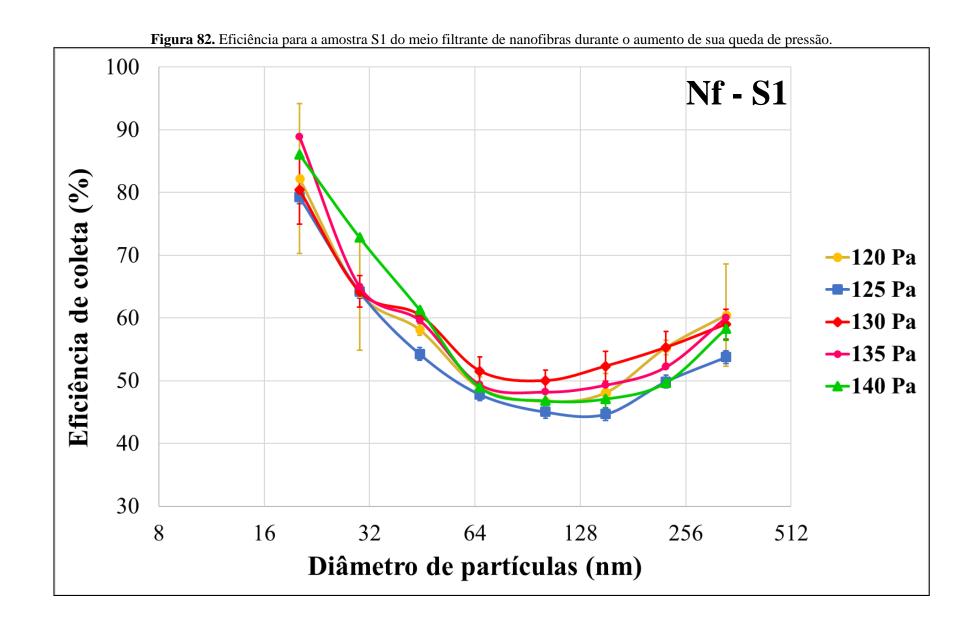
Figura 81. Eficiência média do meio filtrante E11 durante o aumento da sua queda de pressão.

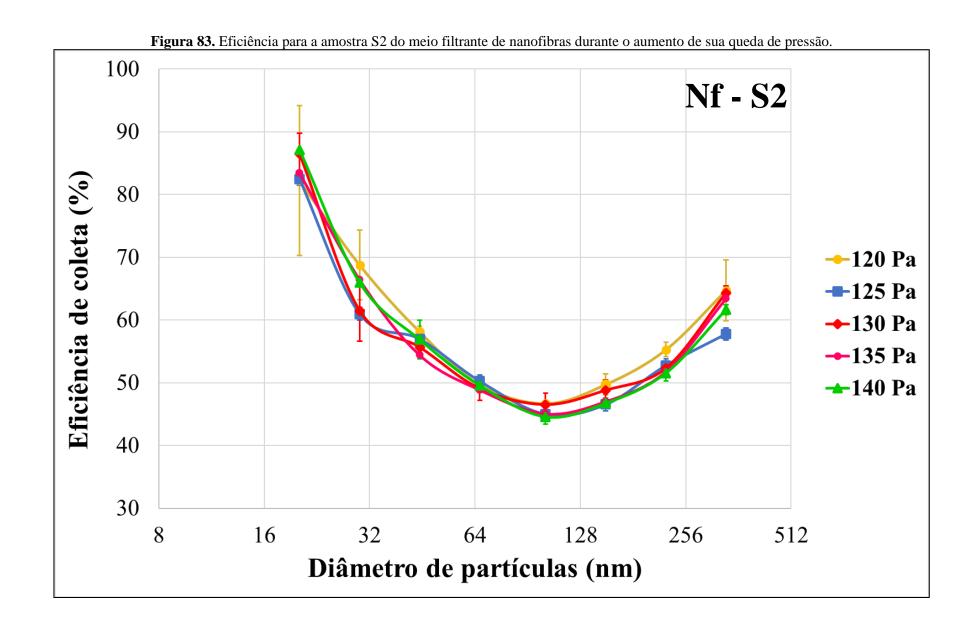
(Fonte: Arquivos pessoais, 2018)

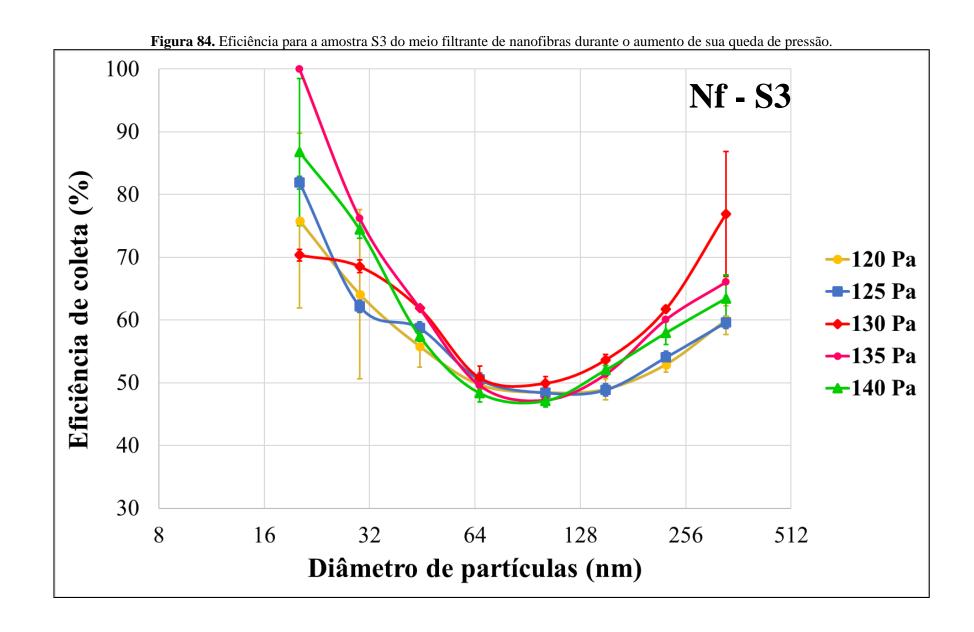
Os resultados obtidos para o meio filtrante de nanofibras estão apresentados a seguir. As Figuras 82, 83 e 84 apresentam os resultados para as três mostras, S1, S2 e S3, do meio filtrante em questão, respectivamente. A Figura 85 mostra a média das 3 amostras do meio filtrante de nanofibras.

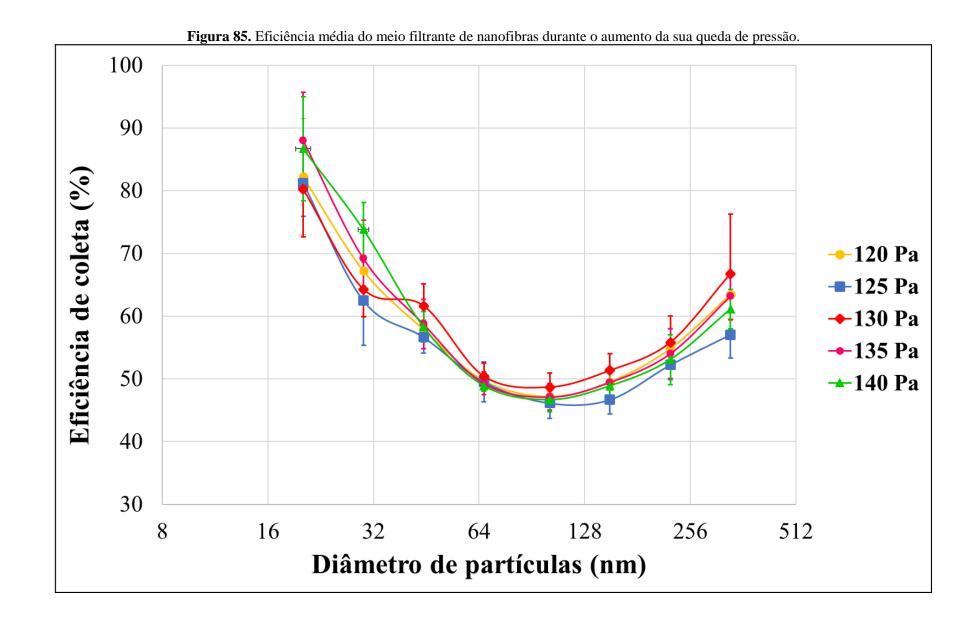
Primeiramente, de acordo com a eficiência obtida esse meio filtrante pode ser classificado como M6, pois possui valores entre os obtidos pelo meio filtrante do tipo M5 (Figura 34) e pelo meio filtrante do tipo F7 não carregado (Figura 36), e também por se encaixar (realizando uma projeção) na faixa de eficiência de filtração de 60 a 80% para partículas de 400 nm, como diz a EN 779 (2012).

De um modo geral, é possível afirmar que na faixa de 20 a aproximadamente 45 nm um aumento inicial da queda de pressão, de 120 a 130 Pa, provocou uma diminuição da eficiência de coleta. Acima de 130 Pa esse fato se inverteu, com o aumento da eficiência de coleta. Para as partículas maiores que 45 nm houve aumento da eficiência de coleta apenas para a queda de pressão de 130 Pa. Para a queda de pressão de 135 Pa os valores de eficiência foram praticamente os mesmos que os valores iniciais. Acima de 100nm a eficiência de coleta foi ligeiramente menor para a queda de pressão de 140 Pa e mais baixas para a queda de pressão de 125 Pa.









Analisando os dados obtidos para o meio filtrante de nanofibras mais a fundo foi possível observar o comportamento da eficiência de filtração com o aumento de sua queda de pressão. Dentro da faixa de tamanho analisada, é possível observar que a eficiência de coleta para o Δp de 120 Pa vai de cerca de 82% para partículas de 20 nm até cerca de 63% para partículas de 335 nm, passando pelo MPPS de cerca de 100 nm onde a eficiência foi de aproximadamente 47%. A eficiência de coleta para o Δp de 125 Pa foi menor para todos os tamanhos de partículas analisados, com quedas que variaram de 1 a até 6%. A eficiência de coleta para o Δp de 130 Pa teve valores menores na faixa de 20 a um pouco mais de 30 nm, cerca de 3%, e um aumento após esse tamanho de partículas, que foi de até 3%. A eficiência de coleta para o Δp de 135 Pa teve valores maiores na faixa de 20 a 45 nm, que variaram entre 6 e 1%, respectivamente. Para partículas maiores que 45 nm, a eficiência de coleta foi praticamente igual a eficiência obtida com o Δp inicial. A eficiência de coleta para o Δp máximo de 140 Pa teve valores semelhantes aos observados para o Δp de 135 Pa, porém, um pouco menores acima de 100nm. A única exceção foi o valor da eficiência de coleta de partículas de 30 nm, onde houve um aumento de mais de 4%.

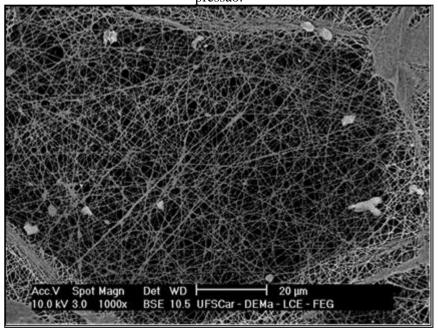
Portanto, é possível notar uma tendência onde a eficiência de coleta caiu num primeiro momento, Δp de 125 Pa, depois aumentou para a máxima eficiência com o Δp de 130 Pa, voltou praticamente a mesma eficiência inicial com o Δp de 135 Pa e novamente diminuiu a eficiência de coleta com o Δp máximo. Nesse caso a avaliação de uso do meio filtrante é mais complicada, pois como foi observado, a eficiência do meio filtrante oscilou muito com o aumento de sua queda de pressão. Que pode ser explicado pelo fato das partículas depositadas longe das fibras perturbarem mais o escoamento de ar que as partículas depositadas diretamente nas fibras como afirmaram Tang et al. (2018).

Segundo Leung et al. (2010) filtros feitos de nanofibras são excelentes para a captura de nanoaerossóis, pois a área de superfície ampliada pode melhorar a captura por interceptação e difusão. Porém, a eficiência desse meio filtrante foi mais baixa do que o meio filtrante do tipo E11, mesmo com maior queda de pressão e menor permeabilidade. A eficiência de coleta está ligada ao material utilizado, sua interação com as partículas e disposição das fibras. O meio filtrante E11 é um filtro EPA, ou seja, é um meio filtrante construído para alta eficiência de coleta. Como não há informações acerca do meio filtrante de nanofibras, pois é um material sigiloso, não se pode investigar mais a fundo a razão para sua menor eficiência com nanopartículas. Acredita-

se que essa interação entre o material filtrante das nanofibras contribui para isso, já que abaixo de 100 nm o principal mecanismo de coleta é a difusão e nesse caso, devido as suas dimensões, a interceptação é o principal mecanismo.

A Figura 86 mostra uma imagem do meio filtrante de nanofibras após o processo de filtração aumentada em 1000 vezes. Na imagem é possível observar algumas partículas aderidas na superfície do meio filtrante, mas nesse caso, diferentemente do meio filtrante do tipo E11, onde elas ficaram aderidas diretamente nas fibras, evidenciando o tipo de filtração distinta para cada meio filtrante.

**Figura 86.** Eficiência média do meio filtrante de nanofibras durante o aumento da sua queda de pressão.



(Fonte: Arquivos pessoais, 2018)

Para ambos os meios filtrantes não ocorreu a formação da torta de filtração, ou seja, a filtração não chegou na terceira fase descrita por Brown (1993). O meio filtrante do tipo E11, por ser mais permeável e possuir filtração de profundidade mais destacada, ficou na primeira fase da filtração. Todo o processo de filtração e aumento da queda de pressão foi gradual e mais demorado, durando cerca de 11 horas no total. O meio filtrante de nanofibras, por possuir permeabilidade baixa e ter a filtração de superfície como a predominante, ficou numa fase de transição entre as duas primeiras fases de filtração. Seu processo foi mais rápido se comparado ao meio filtrante do tipo E11, com duração de cerca de 8 horas no total. Segundo Wang et al. (2015) as fases da filtração dependem da forma como os meio filtrantes são construídos, da sua permeabilidade,

material, etc. Segundo Leung e Choy (2018) não há até o momento um estudo abrangente que aborda como a filtração de profundidade transita para a filtração de superfície para um filtro fibroso ou para filtro de microfibra, muito menos filtro de nanofibras.

Também para os dois meios filtrantes a eficiência de coleta diminuiu com suas respectivas quedas de pressão máximas. É possível que ocorra a formação de um caminho preferencial do escoamento de ar por entre os meios filtrantes a medida que a queda de pressão ultrapasse o valor de maior eficiência de coleta, 85 Pa para o meio filtrante do tipo E11 e 130 Pa para o meio filtrante de nanofibras. Esse caminho preferencial facilita a passagem das partículas. O fato de haver acumulo de partículas no meio filtrante inibe a interação entre partículas e meios filtrantes que também pode influenciar na eficiência de coleta dos meios filtrantes.

Os valores máximos de queda de pressão alcançados neste trabalho não foram tão elevados quanto se esperava. Como a alimentação de pó realizada para o aumento da queda de pressão foi uma adaptação em um sistema de teste já existente, onde a pressão do sistema possui uma limitação, a vazão de ar do sistema possui uma limitação, as dimensões são diferentes das do projeto original de um sistema de testes de filtros, entre outras variáveis, não chegou-se a um funcionamento perfeito do equipamento. Devido a essas restrições, não chegava muito material particulado na seção de filtração, com parte deste material ficando pelo caminho. Por esse motivo também não foram analisados mais meios filtrantes.

## 6. CONCLUSÕES

As conclusões desse trabalho foram:

- Qualificação do sistema de testes é fundamental, uma vez que é capaz de mostrar se equipamentos e o sistema como um todo funcionam adequadamente com testes em sua maioria simples;
- Eficiência de coleta de nanopartículas é maior para velocidade superficial de filtração menor, pois o tempo em que as partículas se submetem a difusão é maior;
- Na faixa de 10 a 100 nm o principal mecanismo de coleta é a difusão. As menores partículas foram coletadas mais eficientemente pois são mais suscetíveis ao movimento aleatório devido suas dimensões e peso menores;
- Os principais mecanismos de coleta para partículas acima de 100 nm é a interceptação direta, devido ao tamanho e peso maiores;
- Com relação aos testes interlaboratoriais, ficou claro que qualquer discrepância no que diz respeito a instalações, equipamentos dos laboratórios e materiais utilizados conduzem a resultados diferentes;
- A eficiência de coleta variou conforme houve o aumento da Δp, diferentemente para cada meio filtrante;
- A maior eficiência de coleta atingida em ambos os casos foi para uma Δp intermediária;
- A eficiência de coleta na Δp máxima atingido foi menor que a eficiência inicial;
- A adaptação do sistema de testes para o carregamento dos meios filtrantes com pó não funcionou corretamente, assim a queda de pressão máxima atingida foi baixa e as filtrações não chegaram em sua terceira fase (formação de torta). Portanto, não se pode tomar maiores conclusões acerca desse assunto;
- Os resultados estão diretamente ligados as características dos meios filtrantes. O material neles empregados, o tamanho das fibras, a disposição delas, entre outras, estão ligadas a permeabilidade e, consequentemente, ao tipo da filtração que ocorrerá, o tempo em que a filtração ocorrerá e o quão eficiente será.

## 7. SUGESTÕES FUTURAS

As sugestões para trabalhos futuros são:

- Para um melhor estudo do tema proposto, sugere-se a construção de um sistema de testes único para análise de desempenho dos meio filtrantes na filtração de nanopartículas durante sua vida útil, onde seja possível controlar todas as variáveis necessárias para que ocorra seu bom funcionamento;
- A partir do bom funcionamento do sistema de carregamento do meio filtrante com partículas, sugere-se que seja feito um estudo onde a queda de pressão atinja o valor máximo de acordo com as características do material filtrante e não de acordo com uma restrição de funcionamento do equipamento;
- Além do estudo realizado neste trabalho, e com o controle de todas as variáveis do sistema, pode-se realizar estudos analisando mais variáveis, como a massa de pó, tempo de carregamento, etc.

## REFERÊNCIAS

BARROS, P.M.; RODRIGUES, S. S.C.; AGUIAR, M. L. Evaluation of the **Deposition of Nanoparticles in Fibrous Filter**. Materials Science Forum, v. 802, p. 174-179, 2014.

BARROS, P.M.; TANABE, E.H.; AGUIAR, M.L. **Performance of fibrous filters during nanoparticle cake formation.** Separation Science and Technology, v. 51, p. 1-11, 2015.

BENNETT, A. Standards and testing: Meeting standards in filter media. Filtration+Separation. p 22-25, 2012.

BORTOLASSI, A.C.C.; GUERRA, V.G.; AGUIAR, M.L. Characterization and evaluate the efficiency of different filter media in removing nanoparticles. Separation and Purification Technology, v. 175, p. 79-86, 2017.

BORTOLASSI, A.C.C.; AGUIAR, M.L.; GUERRA, V.G. Evaluation of the efficiency of different filter media for removing nanoparticles. In: Filtech, 2014, Cologne. The Filtration Event 2015, 2014.

BOSCO, G. Assessing the performance of air filter media in controlling nanoaerosols. Tesi di Laurea Magistrale. Politecnico di Torino, Itália. 2016.

BROWN R. C. Air filtration - an integrated approach to the Theory and Applications of Fibrous Filter. Pergamon Press, 1993.

BUZEA C.; BLANDINO I. I. P.; ROBBIE K. Nanomaterials and nanoparticles: Sources and toxicity. Biointerphases vol. 2, issue 4, pages MR17 - MR172, 2007.

CEN, Comitê Europeu de Normalização. European Standard EN 1822, High efficiency air filters (EPA, HEPA and ULPA). 2009.

CEN, Comitê Europeu de Normalização. **European Standard EN779: Particulate air** filters for general ventilation - Determination of the filtration performance. 2012.

CEN, Comitê Europeu de Normalização. **Methodology to Determine Effectiveness of Filtration Media against Airborne Particles** – **Testing Particles in the 20** – **500 nm Range**. May 6<sup>th</sup> 2016.

CEN, Comitê Europeu de Normalização. **Methodology to Determine Effectiveness of Filtration Media against Airborne Particles – Testing Particles in the 3 – 30 nm Range**. May 6<sup>th</sup> 2016.

COOPER, D.W. e REIST, P.C. Neutralizing Charged Aerosolswith Radioactive Sources. Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 45. 1973.

EPA, Unites States Environmental Protection Agency. **Residential Air Cleaners: A Summary of Available Information**. 2009.

FRANSMAN, W. How accurate and reliable are exposure models? Ann. Work Expo. Health 61, p. 907–910. 2017.

HINDS W.C. Aerosol Technology: Properties, Behavior and Measurement of Airborne Particles. Wiley Interscience, 1999.

HOET, P.H.M., BRÜSKE-HOHLFELD, I., SALATA, O.V. Nanoparticles – known and unknown health risks. J. Nanobiotechnol. 2, p.12. 2004.

HORIKOSHI, S. e SERPONE, N. **Microwaves in Nanoparticle Synthesis**, First Edition. Published by Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. 2013.

ISO 16890:2. Air filters for general ventilation, Part 2: Measurement of fractional efficiency and airflow resistance. International Standards Organization, Geneva, Switzerland. 2016.

JI, J. H.; BAE, G. N.; HWANG, J. Characteristics of aerossol charge neutralizers for highly charged particles. Aerosol Science 35, p.1347–1358. 2004.

KUHLBUSCH, T.A.J.; ASBACH, C.; FISSAN, H.; GÖHLER, D.; STINTZ, M. Nanoparticle exposure at nanotechnology workplaces: a review. Part. Fibre Toxicol. 8, p.22. 2011.

KUHLBUSCH, T.A.J.; WIJNHOVEN, S.W.P.; HAASE, A. Nanomaterial exposures for worker, consumer and the general public. NanoImpact, Vol. 10, p. 11–25. 2018.

MAYNARD, A.D., BARON, P.A., FOLEY, M., SHVEDOVA, A.A., KISIN, E.R., CASTRANOVA, V. Exposure to carbon nanotube material: aerosol release during the handling of unrefined single walled carbon nanotube material. J. Toxicol. Environ. Health 67, p.87–107. 2004.

PENICOT, P.; THOMAS, D.; CONTAL, F.; LECLERC, D.; VENDEB, J. Clogging of **HEPA fibrous filters by solid and liquid aerossol particles: na experimental study.** Filtration and Separation, p. 59-64. 1999.

SACHINIDOU, P.; BAHK, Y.K.; TANG, M.; ZHANG, N.; CHEN, S.; PUI, D.Y.H; LIMA, B.A.; BOSCO, G.; TRONVILLE, P.; MOSIMANN, T.; ERIKSSON, M.; WANG, J. Inter-laboratory validation of the method to determine the filtration efficiency for airborne particles in the 3 – 500 nm range and results sensitivity analysis. Aerosol and Air Quality Research, 17, p.2669–2680, 2017.

SALEEM, M. e KRAMMER, G. Effect of filtration velocity and dust concentration on cake formation and filter operation in a pilot scale jet pulsed bag filter, J. Hazard. Mater. 144 (3), p. 677–681. 2007.

SALUSSOGLIA, A. I. P.; BETTEGA, V. G. G.; TRONVILLE, P. M.; AGUIAR, M. L. Caracterização e desempenho de filtros com nanofibras e HEPA utilizando nanopartículas. Meio Filtrante. Meio Filtrante, v. Ano XIV, p. 16-22, 2016.

SCHNEIDER, T., BROUWER, D.H., KOPONEN, I.K., JENSEN, K.A., FRANSMANN, W., VAN DUURENSTUURMAN, B., VAN TONGEREN, M., TIELEMANS, E. Conceptual model for assessment of inhalation exposure to manufactured nanoparticles. Environ. Epidemiol. p.1–14. 2011.

SPARKS, T. e CHASE, G. **Filters and filtration handbook.** Sixth Edition. Published by Butterworth-Heinemann. Elselvier. 2015.

STOMMEL, Y.G. e RIEBEL, U. A corona-discharge-based aerosol neutralizer designed for use with the SMPS-system. Journal of Electrostatics, Vol. 63, p. 917–921. 2005.

TANG, M.; THOMPSON, D.; CHANG, D.; CHEN, S.; PUI, D.Y.H. Filtration efficiency and loading characteristics of PM2.5 through commercial electret filter media. Separation and Purification Technology 195, p. 101–109. 2018.

TSI 3776. **Ultrafine Condensation Particle Counter, Model 3776.** Operation and service manual. 2006.

TSI LAS-X-II OPC. Laser Aerosol Spectrometer, Model 3340. Operation and service manual. 2014.

TSI NANOSCAN SMPS. Nanoparticle Sizer, Model 3910. Operation and service manual. 2013.

TSI SERIES 3080. Electrostatic Classifiers, Model 3080. Operation and service manual. 2008.

VALLINO, J. Automazione della caratterizzazione sperimentale di materiali e componenti per la depurazione dell'aria. Tesi di Laurea Magistrale. Politecnico di Torino, Itália. 2015.

WANG, H.C. e KASPER, G. Filtration Efficiency of Nanometer-size Aerosol Particles. J. Aerosol Sci. Cap. 22, p 31–41. 1991.

WANG, Q.; LIN. X.; CHEN, D. Effect of dust loading rate on the loading characteristics of high efficiency filter media. Powder Technology 287, p. 20–28. 2016.

ZURAIMI, M.S.; VUOTARI, M.; NILSSON, G.; MAGEE, R.; KEMERY, B.; ALLISTON, C. Impact of dust loading on long term portable air cleaner performance. Building and Environment 112, p. 261-269. 2017.