

## Metodologia para detecção de fibras de amianto em solo utilizando caracterização por MEV-SED

### Methodology for detection of asbestos fibers in soil using SEM-EDS characterization

Lincoln Gabriel Santiago de Aquino<sup>1</sup>, Paola de Paulo Andrade da Silva<sup>2</sup>, Danielle Caroline Schnitzler<sup>3</sup>

#### RESUMO

O amianto crisotila, fibra mineral da classe dos silicatos, teve seu uso amplamente difundido no século passado com destaque para seu uso na construção civil, devido à resistência que a mesma gerava a produtos como telhas de fibrocimento. No entanto, a utilização do material por tempo prolongado acarretava na sua degradação expondo as fibras de crisotila ao meio ambiente colocando em risco a população, tendo em vista que as fibras são cancerígenas. Trabalhos anteriores do grupo de pesquisa avaliaram a liberação de fibras de amianto nas matrizes água e solo utilizando uma adaptação da metodologia NIOSH7402 que as caracterizava em microscopia eletrônica de varredura acoplada ao sistema de energia dispersiva (MEV-SED), seguida de análise em espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR). As fibras de crisotila foram caracterizadas na matriz água, porém essa metodologia não permitiu identificação das mesmas para a matriz solo. Portanto, esse trabalho consiste em abordar uma adaptação metodológica para caracterização de fibras de crisotila na matriz solo utilizando a digestão ácida 3050B para abertura da matriz solo. Os resultados indicam uma melhor identificação das fibras, porém com modificações estruturais que ainda serão estudadas pelo grupo de pesquisa.

**PALAVRAS-CHAVE:** amianto crisotila; digestão ácida 3050B; microscopia eletrônica.

#### ABSTRACT

Chrysotile asbestos, a mineral fiber of the silicate class, was widely used in the last century, with emphasis on its use in civil construction, due to the resistance it generated to products such as fiber cement tiles. However, the use of the material for a long time resulted in its degradation, exposing the chrysotile fibers to the environment, putting the population at risk, considering that the fibers are carcinogenic. Previous works by the research group evaluated the release of asbestos fibers in water and soil matrices using an adaptation of the NIOSH7402 methodology that characterized them in scanning electron microscopy coupled to the energy dispersive system (SEM-SED), followed by analysis in spectroscopy of Fourier transform infrared (FTIR). Chrysotile fibers were characterized in the water matrix, but this methodology did not allow their identification for the soil matrix. Therefore, this work consists of approaching a methodological adaptation for the characterization of chrysotile fibers in the soil matrix using 3050B acid digestion to open the soil matrix. The results indicate a better identification of the fibers, but with structural changes that will still be studied by the research group.

**KEYWORDS:** chrysotile asbestos; acid digestion 3050B; electron microscopy.

#### Introdução

O amianto, fibra mineral da classe dos silicatos, pode ser dividido em dois grupos de minerais, as serpentinas e os anfíbios, tendo a crisotila presente no primeiro grupo como o de maior representatividade já que por muitos anos teve seu uso difundido em diferentes

<sup>1</sup>Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil. E-mail: lincoln.1997@alunos.utfpr.edu.br. ID Lattes: 1840490066343413.

<sup>2</sup>Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil. E-mail: paoladra8@gmail.com. ID Lattes: 5513867984231653.

<sup>3</sup>Docente no Departamento Acadêmico de Química e Biologia. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil. E-mail: daniellec@utfpr.edu.br. ID Lattes: 2792378593740190.



áreas, com enfoque principal na indústria civil em telhas e caixas d'água do chamado fibrocimento. O mineral além de ter favoráveis características de resistência (mecânica, elétrica, química e térmica), tem um baixo custo de extração o que facilitou a sua exploração, em especial a fibra do tipo crisotila, principal fibra de amianto (Radvanec, 2013). No entanto, as fibras de amianto causam comprovadamente doenças, tais como a asbestose e vários tipos de câncer. A fibra foi incluída no grupo principal de substâncias cancerígenas pela Organização Mundial da Saúde (OMS, 2017), a partir daí houve um movimento no sentido da proibição do seu uso em diversos países, a questão ainda é discutida, mas cientistas defendem a abolição do uso do material em qualquer circunstância e a substituição do mesmo quando possível. Apesar disso, devido à alta resistência que a fibra proporciona ao material, muitos produtos derivados do mineral ainda permanecem em uso.

No Brasil, o uso da fibra de amianto não é oficialmente banido apesar da votação pelo banimento do mesmo já ter sido realizada junto ao Supremo Tribunal Federal (STF) que proibiu o uso de todo tipo de amianto no território nacional. Os magistrados declararam inconstitucional o artigo 2º da lei federal 9055/05, que permitia até então o uso controlado do amianto do tipo crisotila, o único que ainda era autorizado (Martins, 2017). Anteriormente o uso controlado do mineral era permitido segundo a norma regulamentadora das atividades e operações insalubres (NR 15), com anexo XII gerenciando o uso controlado de amianto no país, sendo assim, por muito tempo o mineral foi utilizado em larga escala.

Tendo em vista que o Brasil é um dos maiores mineradores de amianto-crisotila do mundo sendo esse um material de grande persistência, pode-se afirmar que uma grande parcela da população que ainda usufrui de produtos com fibras desse mineral pode estar exposta a doenças supracitadas.

Trabalhos anteriores do grupo de pesquisa verificaram a liberação das fibras de amianto provenientes de telhas de fibrocimento em matriz água. Para a matriz solo a metodologia utilizada não possibilitou a visualização das fibras nas amostras. Dentro deste contexto, esse trabalho consiste em avaliar uma adaptação na metodologia para a detecção dessas fibras utilizando a digestão da matriz solo pelo método 3050B.

## **Materiais e Métodos**

### **MONTAGEM DO SISTEMA E COLETA DA AMOSTRA**

Para a avaliação das fibras de amianto em matriz solo, um sistema foi montado onde uma placa de telha de fibrocimento foi posicionada no suporte demonstrado na Figura 1 (a). Sobre o suporte foi preparada uma estrutura protetora no formato de caixa sem fundo utilizando madeira. As laterais e a parte superior são envoltas com tela mosquiteiro fuzil com dimensões de furo de  $[(1,50 \times 1,50) \pm 0,05]$  mm e grossura do fio de  $(22,0 \pm 0,1)$   $\mu\text{m}$ . As medidas da estrutura são  $[(2,000 \times 2,000) \pm 0,005]$  m de área com  $(0,900 \pm 0,005)$  m de altura. A necessidade dessa estrutura protetora se deve para: facilitar a demarcação da área de estudo; evitar que haja interferências antrópicas de terceiros no estudo; proteger da melhor forma possível a área do entorno da estrutura bem como a população próxima de uma consequente liberação de fibras de amianto tendo em vista que é necessário também que a telha selecionada sofra com a incidência do intemperismo local.

Para uma maior facilidade na coleta, foi colocada uma lona plástica no piso da caixa, sendo assim, o solo analisado na coleta era o que teria sido carregado pelo vento até a área



de estudo. Na Figura 1 (b) encontra-se o sistema montado no Assentamento do Contestado.

Figura 1 – Ilustração da montagem do sistema de suporte para a telhas sendo (a) suporte da amostra de telha e (b) estrutura protetora das amostras



Fonte: Elaborado pelo autor (2021).

A telha selecionada para essa etapa da pesquisa já foi utilizada em estudos anteriores e é proveniente da cidade de Itapoá-SC, no litoral catarinense e, portanto, admite-se que essa sofreu de diferentes intempéries, incluindo uma alta maritimidade ao longo dos seus mais de 30 anos de uso na região. Essa placa tem dimensão de 36x48 cm e sabe-se ter em sua constituição fibras de amianto do tipo crisotila.

A localização escolhida para o estudo foi o Assentamento do Contestado, no município da Lapa-PR. Esse local foi escolhido devido ao fato de a área rural ser de baixo movimento de pessoas, além da existência de uma parceria do grupo de pesquisa com moradores da região. A telha ficou no ambiente por 15 dias.

Após a exposição, o solo presente no interior da caixa foi coletado com auxílio de um aspirador de pó portátil da marca *wordshop*, modelo *Premium 2021* com capacidade de até 500 mL (incerteza não informada). O local de armazenamento do equipamento foi previamente limpo com detergente e banho de ácido nítrico 10%. O solo coletado foi acondicionado no dispositivo de armazenamento do aspirador até os procedimentos laboratoriais.

## CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS EM LABORATÓRIO

A amostra de solo foi acondicionada em porta-amostras descartáveis (limpo da mesma maneira que o dispositivo e armazenamento) e desidratada em estufa da marca *SP Labor*, modelo *SP-100/150* à temperatura de  $(30,0 \pm 0,1)^\circ\text{C}$  por 24 horas para a verificação de massa em balança analítica, que foi de  $(2,5947 \pm 0,0001)$  g. Essa então foi dividida em 3 porta-amostras descartáveis, vide a Tabela 1. Dois padrões qualitativos foram criados contendo em um: solo da região próxima à área de estudo com a garantia de não ter nenhuma fibra de crisotila; solo próxima à área de estudo adicionado de fibras de amianto processadas (SAMA7A). As amostras estão caracterizadas na Tabela 1.

Tabela 1 – Lista de amostras e padrões caracterizados

Amostra	Descrição	[Massa total da amostra/g]
1	Amostra de solo retirada da área de estudo	$(1,0006 \pm 0,0001)$
2	Amostra de solo retirada da área de estudo	$(1,0007 \pm 0,0001)$



3	Amostra de solo retirada da área de estudo	(0,5580 ± 0,0001)
4	Padrão de solo local	(1,0003 ± 0,0001)
5	Padrão de solo local adicionado (0,0010 ± 0,0001) g de fibras de crisotila	(1,0008 ± 0,0001)

Fonte: Elaborada pelo auto (2022).

## DIGESTÃO DAS AMOSTRAS PELO MÉTODO 3050B DA ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (EPA)

O método 3050B (EPA) ao qual as amostras foram submetidas consiste nas seguintes etapas:

1ª ETAPA: as amostras foram transferidas para um Becker de 50 mL, adicionadas (10,00 ± 0,05) mL de HNO<sub>3</sub> e cobertas com vidro de relógio. Em seguida foram aquecidas em chapa à (95,0 ± 0,5)°C por 15 minutos sem ebulição. Após esse procedimento elas foram resfriadas em banho de gelo por 5 minutos e adicionadas com (5,00 ± 0,05) mL de HNO<sub>3</sub>, sendo posteriormente recolocada a tampa de relógio e levadas novamente para chapa de aquecimento por um período de 30 minutos até refluxo. Esse procedimento ocorreu por cinco vezes até eliminação da fumaça castanha. Na Figura 2 tem-se os béqueres contendo as amostras em digestão sobre a chapa aquecedora (a) e detalhes da as amostras (b).

Figura 2 – (a) amostras em digestão ácida em chapa aquecedora; (b) amostras em seus porta-amostras descartáveis

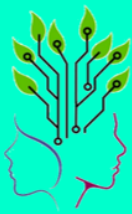


(a)  
Fonte: Elaborado pelo autor (2022)

(b)

2ª ETAPA: Após a primeira etapa de digestão ter sido concluída e as amostras resfriadas, foram adicionados (2,00 ± 0,05) mL de água e (3,00 ± 0,05) mL de 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Os recipientes foram cobertos com vidro de relógio e levados a chapa de aquecimento para iniciar a reação com o peróxido. As amostras foram aquecidas até o momento em que a efervescência diminuiu e então as foram resfriadas por 5 minutos. Em seguida adicionou-se lentamente (10,00 ± 0,05) mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%. Continuou-se a adição de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> em alíquotas de (1,00 ± 0,05) mL, com aquecimento até a efervescência, totalizando (10,00 ± 0,05) mL adicionados. As amostras permaneceram na chapa de aquecimento há (95,0 ± 0,5)°C por 2 horas, até que o volume reduziu para aproximadamente (5,00 ± 0,05) mL.

A amostra 3 não foi digerida para haver a possibilidade de futuras comparações com as amostras que passarão pelo método 3050B (EPA).



## PREPARO DE AMOSTRAS PARA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA ACOPLADA AO SISTEMA DE ENERGIA DISPERSIVA (MEV-SED)

Após a digestão, as amostras foram filtradas com auxílio de bomba de vácuo da marca *Tecnal*, modelo *TE – 0581* suportadas em membranas de acetato de celulose de porosidade de  $(0,460 \pm 0,005) \mu\text{m}$  da marca *Milipore*, para formação da torta que será analisada em MEV-SED da marca *JEOL*, modelo *JSM 6360 LV* no Centro de Microscopia Eletrônica da Universidade Federal do Paraná (CME-UFPR). Até a análise, as amostras ficaram em dessecador com sílica para evitar umidade.

O preparo de amostras para a MEV-SED consiste em cortar a membrana de filtração onde pretende-se encontrar as fibras e fixá-las com auxílio de uma fita de carbono condutora em suportes de alumínio de  $(31,08 \pm 0,05) \text{ mm}$  de diâmetro e  $(10,00 \pm 0,05) \text{ mm}$  de altura.

Para a caracterização das amostras por MEV utiliza-se de informações encontradas na literatura sobre as fibras de amianto para a qualificação, bem como resultados anteriores do grupo de pesquisa.

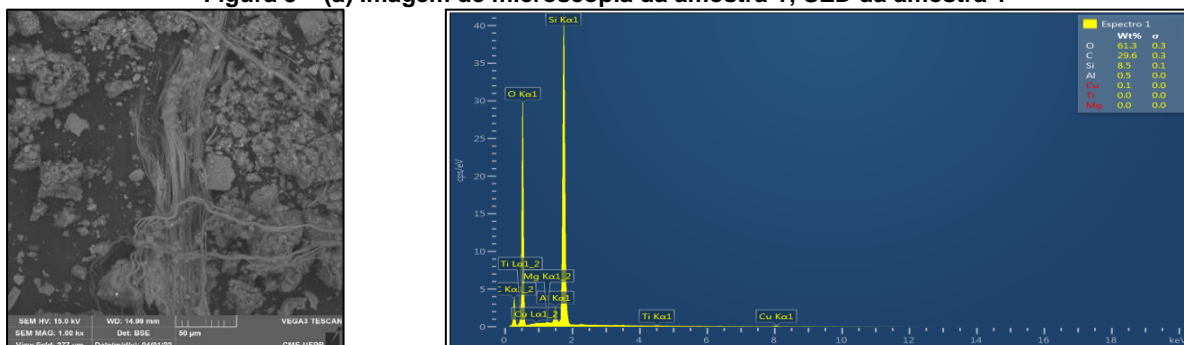
### Resultados e Discussões

As amostras foram levadas para o MEV-SED no CME-UFPR, tanto no padrão ao qual as fibras foram colocadas propositalmente quanto as amostras do meio ambiente, foi possível distinguir estruturas condizentes com a literatura.

O amianto do tipo crisotila tem suas fibras sedosas e curvilíneas, cristalizando-se em estrutura monoclinica. A estrutura tubular se dá devido ao enrolamento das camadas octaédricas  $[\text{Mg}(\text{OH})_2]$  e as tetraédricas  $[(\text{Si}_2\text{O}_4)]$  que têm diferentes dimensões cristalográficas na composição da cela unitária estrutural (Zuccheatti, 1998). O SED pontual das amostras nos fornece dados referentes a constituição atômica da amostra analisada na área em questão, sendo fornecidas informações dos elementos formadores da fibra (Perry, 2004), os picos buscados nessa análise são principalmente os de Si e Mg.

Estruturas como aqui demonstrada na Figura 3 foram comuns às amostras e quando comparadas morfológicamente com estudos anteriores revelam um resultado positivo para a caracterização da crisotila o que indica uma possível liberação da fibra de amianto para o ambiente.

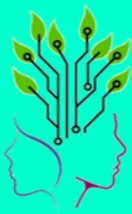
Figura 3 – (a) Imagem de microscopia da amostra 1; SED da amostra 1



(a)

(b)

Fonte: Elaborado pelo autor (2022).



Para o SED das amostras digeridas foi perceptivo que as amostras não apresentaram uma concentração elevada de Mg. Uma possibilidade é a de o metal se desligar da estrutura da fibra devido o procedimento de digestão de amostras.

## Conclusão

Foram encontradas estruturas morfológicamente semelhantes às fibras de crisotila no solo. Neste sentido, a simples exposição de telhas de fibrocimento ao meio ambiente pode acarretar a liberação de fibras, com essas podendo ser carreadas pelo vento e assim contaminar a população próxima.

Dito isso percebe-se o risco ao qual a população de menor poder aquisitivo, onde o uso desse tipo de telha é mais comum, está exposto com a manutenção de telhas de fibrocimento por extensos períodos de tempo.

Outra conclusão tirada é a de que a digestão realizada nesse estudo facilita a percepção morfológica das fibras, porém a mesma pode acarretar em mudanças estruturais fazendo com que o SED realizado não apresentasse o padrão esperado. Novos estudos devem ser realizados avaliando a relação da fibra com esse tipo de digestão.

---

## Agradecimentos

Agradeço à UTFPR; aos laboratórios LEMASSA, LAMAQ e CME-UFPR; ao MPT-PR; e aos moradores do Assentamento Contestado do MST.

## Conflito de interesse

O conflito de interesse se dá devido a empresas que por muito tempo utilizaram da fibra de crisotila na constituição de seus materiais se recusam a trocar o seu material por um menos agressivo à população, sem uma real fundamentação científica quanto aos problemas de saúde. Como já dito todo e qualquer fibra de amianto é potencial causadora de câncer e outras doenças respiratórias (OMS, 2017).

---

## REFERÊNCIAS

MARTINS, M. **A luta pelo banimento do amianto ganhou o país, mas caminhada é longa.** Carta Capital 04 dez. 2017

OMS. **Amianto Crisótilo.** Genebra: Organização Mundial da Saúde; 2017.

PERRY, A. **A Discussion of Asbestos Detection Techniques for Air and Soil.** National Network for Environmental Management Studies Fellow, 2004.

ZUCHEATTI, R. A. M. **Crisotila Brasileira como Suporte de Catalizadores:** Aplicação na Oxidação de Álcoois com Radiação de Microondas. Instituto de Química – CAMP. Tese de Doutorado. Campinas: 1998. p. 1 – 9.