

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

**INPE-8944-MAN/24**

**ANÁLISE DA CARGA DE PARTICULADOS EM TETRÓXIDO DE  
NITROGÊNIO SEGUNDO A NORMA MIL-P-26539C**

Turíbio Gomes Soares Neto  
Jorge Benedito Freire Jofre

INPE  
São José dos Campos  
2002

## **RESUMO**

Este documento tem como principal objetivo estabelecer um procedimento padrão para análise da carga de particulados no propelente tetróxido de nitrogênio ( $N_2O_4$ ) utilizado nos propulsores bipropelentes desenvolvidos e/ou testados no Laboratório Associado de Combustão e Propulsão (LCP/CES/INPE), a fim de se verificar sua conformidade com as especificações expressas na Norma MIL – P – 26539C editada em 30/03/1970.

**PARTICULATE CHARGE ANALYSIS IN NITROGEN TETROXIDE IN  
AGREEMENT WITH THE MIL – P – 26539C NORM**

**ABSTRACT**

The main objective of this document is to establish a standard procedure for particulate charge analysis in nitrogen tetroxide propellant used in the bipropellant thrusters developed and/or tested in the Combustion and Propulsion Associated Laboratory (LCP/CES/INPE), in order to verify its accordance with the specifications of the MIL-P-26539C Norm that was published in march 1970.

## SUMÁRIO

	<u>Pág.</u>
LISTA DE FIGURAS	
LISTA DE TABELAS	
LISTA DE SIGLAS E/OU ABREVIATURAS	
1. - OBJETIVO E CAMPO DE APLICAÇÃO .....	7
2. - GRAU DE PUREZA DO TETRÓXIDO DE NITROGÊNIO .....	7
3. - CONSIDERAÇÕES SOBRE NORMAS DE SEGURANÇA .....	7
4. - CARGA DE PARTICULADOS .....	9
4.1. - Introdução .....	9
4.2. - Equipamentos e Acessórios .....	9
4.3. - Cálculos .....	10
4.4. - Análise em Passos .....	10
5. - MODELO DE RELATÓRIO DE ANÁLISE .....	12
6. - LISTA DE CHECAGEM DOS PROCEDIMENTOS DE ANÁLISE .....	14
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	16

## LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
1 - Modelo de relatório de análise .....	13

## LISTA DE TABELAS

	<u>Pág.</u>
1 - Propriedades físicas e químicas do tetróxido de nitrogênio	8

## **LISTA DE SIGLAS E/OU ABREVIATURAS**

EPI - Equipamento de proteção individual

RNV - Resíduos não voláteis

## **1. OBJETIVO E CAMPO DE APLICAÇÃO**

Este documento tem como principal objetivo estabelecer um procedimento padrão para análise da carga de particulados no propelente tetróxido de nitrogênio utilizado nos propulsores a bipropelentes desenvolvidos e/ou testados no Laboratório Associado de Combustão e Propulsão (LCP/INPE), a fim de se verificar sua conformidade com as especificações expressas na Norma MIL – P – 26539C editada em 30/03/1970.

## **2. GRAU DE PUREZA DO TETRÓXIDO DE NITROGÊNIO**

O tetróxido de nitrogênio pode ser dividido em três graus de pureza segundo a Norma MIL – P – 26539C. De acordo com a concentração de NO presente, pode apresentar as seguintes denominações:

- a) NTO – “Nitrogen Tetroxide”
- b) MON1 – “Mixed Oxide Nitrogen 1”
- c) MON3 – “Mixed Oxide Nitrogen 3”

As principais propriedades físicas e químicas destes três graus de pureza do tetróxido de nitrogênio são apresentadas na tabela 1.

## **3. CONSIDERAÇÕES SOBRE NORMAS DE SEGURANÇA**

É extremamente importante lembrar dos riscos que são inerentes a manipulação de produtos químicos muito tóxicos e instáveis, os quais formam pares hipergólicos, como é o caso do tetróxido de nitrogênio.



**TABELA 1 - PROPRIEDADES FÍSICAS E QUÍMICAS DO TETRÓXIDO DE NITROGÊNIO**

PROPRIEDADES		GRAUS DE PUREZA - LIMITES		
		NTO (Read-Brown)	MON1 (Green)	MON3 (Green)
Tetróxido de nitrogênio N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> (% em peso)		≥ 99,5	99 – 99,4	97 – 98,5
Óxido nítrico NO (% em peso)	Máx.	- <sup>(1)</sup>	1,0	3,0
	Mín.	- <sup>(1)</sup>	0,6	1,5
N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> +NO (% em peso)		-	≥ 99,5	≥ 99,5
H <sub>2</sub> O equivalente (% em peso)		≤ 0,17	≤ 0,17	≤ 0,17
Concentração de cloreto (% em peso)		≤ 0,040 <sup>(2)</sup>	≤ 0,040	≤ 0,040
Particulado (mg/l)		≤ 10	≤ 10	≤ 10

(1) - A concentração do NO deve ser limitada para que não mude a cor marrom-avermelhado especificada para o propelente;

(2) - Este teste não necessita ser executado no propelente NTO, caso o material tenha sido produzido pelo processo de oxidação da amônia.

A adoção das seguintes precauções é indispensável para que a análise seja efetuada com a melhor segurança possível:

- 1) As amostras de propelentes devem ser armazenadas e/ou transportadas sob baixa temperatura, preferencialmente armazenadas em freezer e transportadas em banho de gelo;
- 2) Colocar cartaz na entrada do laboratório indicando que estão sendo manipulados produtos tóxicos;

- 3) Manipulação dos produtos químicos em capela;
- 4) Usar EPI como avental, óculos de proteção, luvas e máscara facial;
- 5) Os equipamentos de segurança do Laboratório Químico devem estar em bom estado: chuveiro, lava olhos, extintores de água;
- 6) Não colocar ou manipular substâncias redutoras nas proximidades;
- 7) Munir-se da Lista de Checagem descrita no item: **6. LISTA DE CHECAGEM DOS PROCEDIMENTOS DE ANÁLISE.**

## **4. CARGA DE PARTICULADOS**

### **4.1. Introdução**

A carga de particulados é determinada por gravimetria, utilizando-se os procedimentos da norma ASTM-2276 com algumas alterações, as quais serão detalhadas no presente documento.

O desenvolvimento deste procedimento para a determinação da carga de particulados se baseou no relatório de atividades do Sr. Ch. Blondeau (Blondeau, 1999), em visita ao INPE no período de 11 à 30 de outubro de 1999.

### **4.2. Equipamentos e Acessórios**

- Balança Analítica de Precisão com cinco casas decimais, marca Mettler Toledo, modelo AT261Delta Range;
- Estufa do tipo estática operando a  $70^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ;
- Trompa de vácuo em vidro ou polietileno;
- Dispositivo da Milipore para filtração de líquidos contendo:
  - a) Frasco de filtração com placa sinterizada para apoio do filtro de membrana;

- b) Frasco para coleta do filtrado;
- c) Garra de fixação;
- Placa de Petri de 125 mm de diâmetro com tampa;
- Pinça;
- Mangueira de silicone para vácuo;
- Filtro de membrana resistente a solvente, em forma de disco do tipo Millipore, LSWP 04700 (Mitex-teflon) ou Gelman VF-6 (Fluoride Metricel), plano, branco,  $10 \pm 3 \mu\text{m}$ , 47 mm de diâmetro ou equivalente
- Proveta de 1000 ml;
- Frasco de amostragem;
- Álcool isopropílico filtrado em membrana de  $1 \mu\text{m}$ ;
- Água destilada filtrada em membrana de  $1 \mu\text{m}$ ;
- Bastão de vidro.

#### 4.3. Cálculos

$$\text{Teor de Particulados (mg/l)} = \frac{W_2 - W_1}{V} \quad (1)$$

onde,

$W_1$  = massa inicial do filtro de membrana em mg;

$W_2$  = massa final do filtro de membrana em mg;

$V$  = volume da amostra em litro;

#### 4.4. Análise em Passos

- 1) Ligar a balança e deixar estabilizar por 30 minutos.
- 2) Limpar a capela onde será efetuado o processo de filtração.
- 3) Lavar toda a vidraria com detergente e água morna. Remover o detergente e enxaguar com água destilada filtrada em membrana de  $1 \mu\text{m}$ . Enxaguar com álcool isopropílico, também filtrado em membrana

- 1µm, as partes que terão contato com o propelente antes da filtração (frasco de amostragem, proveta, bastão de vidro e frasco de filtração com placa de sinterização). Secar em estufa se necessário.
- 4) Pegar com a pinça o filtro de membrana virgem e colocar em placa de Petri suportado em pequenos bastões de vidros.
  - 5) Colocar a placa de Petri com a tampa ligeiramente aberta na estufa a  $70^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  por 30 min. A tampa evita a contaminação do filtro de membrana.
  - 6) Retirar a placa de Petri da estufa e deixar ligeiramente aberta ao lado da balança por 30 minutos, para o equilíbrio de temperatura e umidade com o ar. A tampa evita a contaminação do filtro de membrana.
  - 7) Pesar o filtro de membrana com o auxílio da pinça. Pegar o filtro pela borda. Anotar o peso.
  - 8) Adaptar o filtro de membrana ao frasco de filtração com auxílio da pinça.
  - 9) Fixar o sistema de filtração com a garra de fixação.
  - 10) Adaptar a mangueira de silicone do sistema de vácuo.
  - 11) Colocar cartaz na entrada do laboratório indicando que estão sendo manipulados produtos tóxicos.
  - 12) Colocar máscara, óculos e luvas. Pegar amostra de tetróxido no freezer e medir na capela 500 ml na proveta com capacidade de 1000 ml. Utilizar um bastão de vidro para facilitar a transposição do propelente.
  - 13) Guardar amostra de tetróxido no freezer.
  - 14) Abrir o registro da água de alimentação da trompa.
  - 15) Começar o processo de filtração. Colocar o propelente até a metade do volume do frasco de filtração. Aguardar até que o vácuo seja formado. Com o sistema em vácuo, verter o propelente até o final, agitando constantemente a proveta.
  - 16) Deixar alguns instantes sob vácuo para garantir que todo o fluído tenha passado pelo sistema.

- 17) Desconectar vagarosamente a mangueira de vácuo para aliviar o sistema, preferencialmente junto a trompa de vácuo.
- 18) Remover a garra de fixação e o frasco de filtração.
- 19) Pegar com a pinça o filtro de membrana e colocar em placa de Petri suportado em pequenos bastões de vidros.
- 20) Repetir os itens 5 a 7.
- 21) Lavar com água abundante todo material que esteve em contato com o tetróxido.

## **5. MODELO DE RELATÓRIO DE ANÁLISE**

O relatório de análise deverá constar de um formulário padrão que dispõe de campos de identificação da amostra, dados da análise e resultados. O modelo deste formulário é apresentado a seguir.



Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE  
Banco de Teste com Simulação de Altitude- BTSA

RELATÓRIO DE ANÁLISE Nº 000/01

Identificação da amostra		
<b>Amostra</b> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> Reservatório	<b>Lote:</b> #	<b>Fabr.:</b>
<b>Quantidade amostrada</b> 500 ml	<b>Ponto de Coleta</b> Reservatório BTSA	<b>Data/ hora</b> 11/08/00 09:30
<b>Responsável pela amostragem</b> Álvaro e Domingos	<b>Especificação do Fabr.</b> #	

Dados da análise		
<b>Norma:</b> MIL - P- 26539C	<b>Técnica:</b> Filtração/Gravimetria	<b>Determinação</b> Carga de Particulados
<b>Responsável pela análise</b> Jofre / Turibio	<b>N ° de repetição</b> 01	<b>Data/hora</b> 11/08/00 13:00

Resultados		
<b>Determinação</b>	<b>Encontrado</b>	<b>Aceitável até</b>
Carga de particulados (mg/l)	0,94	10

Fig. 1 – Modelo de relatório de análise.

## 6. LISTA DE CHECAGEM DOS PROCEDIMENTOS DE ANÁLISE

Ao iniciar uma análise o operador deverá ter obrigatoriamente em mãos a lista de checagem para conferir, de maneira simplificada, os passos da análise. Caso haja dúvida, consultar o item 4.4. **Análise em Passos** do documento que normatiza o procedimento de análise: **ANÁLISE DA CARGA DE PARTICULADOS EM TETRÓXIDO DE NITROGÊNIO SEGUNDO A NORMA MIL – P – 26539C**.

- 1) Atentar para as normas de segurança (item 3 do documento **ANÁLISE DA CARGA DE PARTICULADOS EM TETRÓXIDO DE NITROGÊNIO SEGUNDO A NORMA MIL – P – 26539C**).
- 2) Ligar a balança e deixar estabilizar por 30 minutos.
- 3) Limpar a capela onde será efetuado o processo de filtração.
- 4) Lavar toda a vidraria com detergente e água morna. Remover o detergente e enxaguar com água destilada filtrada em membrana de 1µm. Enxaguar com álcool isopropílico, filtrado em membrana de 1µm, as partes que terão contato com o propelente antes da filtragem (frasco de amostragem, proveta, bastão de vidro e frasco de filtração com placa de sinterização). Secar em estufa toda a vidraria que será utilizada.
- 5) Pegar com a pinça o filtro de membrana virgem e colocar em placa de Petri suportado em pequenos bastões de vidros.
- 6) Colocar a placa de Petri com a tampa ligeiramente aberta na estufa a  $70^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  por 30 minutos. A tampa evita a contaminação do filtro de membrana.
- 7) Retirar a placa de Petri da estufa e deixar ligeiramente aberta perto da balança, por 30 minutos, para o equilíbrio de temperatura e umidade com o ar. A tampa evita a contaminação do filtro de membrana.

- 8) Pesar o filtro de membrana com o auxílio da pinça. Pegar o filtro pela borda. Anotar o peso.
- 9) Adaptar o filtro de membrana ao frasco de filtração com auxílio da pinça.
- 10) Fixar o sistema de filtração com a garra de fixação.
- 11) Adaptar a mangueira de silicone do sistema de vácuo.
- 12) Colocar cartaz na entrada do laboratório indicando que estão sendo manipulados produtos tóxicos.
- 13) Colocar máscara, óculos e luvas. Pegar amostra de tetróxido no freezer e medir na capela 500 ml na proveta com capacidade de 1000 ml. Utilizar um bastão de vidro para facilitar a transposição do propelente.
- 14) Guardar amostra de tetróxido no freezer.
- 15) Abrir o registro da água de alimentação da trompa.
- 16) Começar o processo de filtração. Colocar o propelente até a metade do volume frasco de filtração. Aguardar até que o vácuo seja formado. Com o sistema em vácuo, verter o propelente até o final, agitando constantemente a proveta.
- 17) Deixar alguns instantes sobre vácuo para garantir que todo o fluído tenha passado pelo sistema.
- 18) Desconectar vagarosamente a mangueira de vácuo para aliviar o sistema, preferencialmente junto a trompa de vácuo.
- 19) Remover a garra de fixação e o frasco de filtração.
- 20) Pegar com a pinça o filtro de membrana e colocar em placa de Petri suportado em pequenos bastões de vidros.
- 21) Repetir os itens 6 a 8.
- 24) Lavar com água abundante todo material que esteve em contato com o tetróxido.
- 22) Emitir relatório de acordo com o item **5. MODELO DE RELATÓRIO DE ANÁLISE.**



## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Military International Standard (MIL). **MIL P - 26539C - Military specification propellant nitrogen tetroxide.** USA, 1970.

Blondeau, C. **Rapport d'activites journalier.** Cachoeira Paulista: INPE, 1999.  
Relatório de atividades.