

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 ₂ O ₄ (% em peso)		≥ 99,5	99 – 99,4	97 – 98,5
Óxido nítrico NO (% em peso)	Máx.	- ⁽¹⁾	1,0	3,0
	Mín.	- ⁽¹⁾	0,6	1,5
N ₂ O ₄ +NO (% em peso)		-	≥ 99,5	≥ 99,5
H ₂ O equivalente (% em peso)		≤ 0,17	≤ 0,17	≤ 0,17
Concentração de cloreto (% em peso)		≤ 0,040 ⁽²⁾	≤ 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		
Amostra N ₂ O ₄ Reservatório	Lote: #	Fabr.:
Quantidade amostrada 500 ml	Ponto de Coleta Reservatório BTSA	Data/ hora 11/08/00 09:30
Responsável pela amostragem Álvaro e Domingos	Especificação do Fabr. #	

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

Resultados		
Determinação	Encontrado	Aceitável até
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.