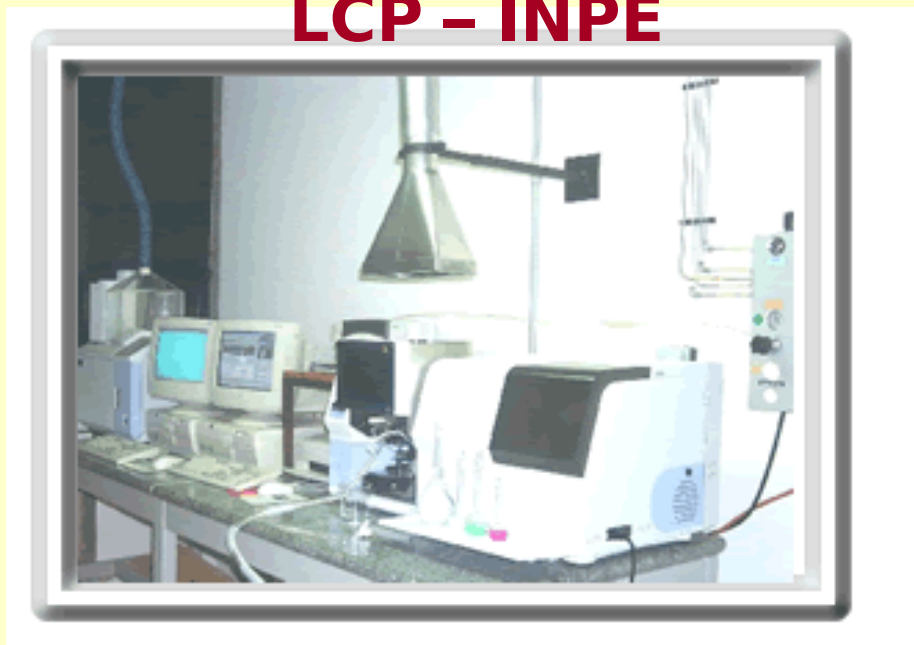




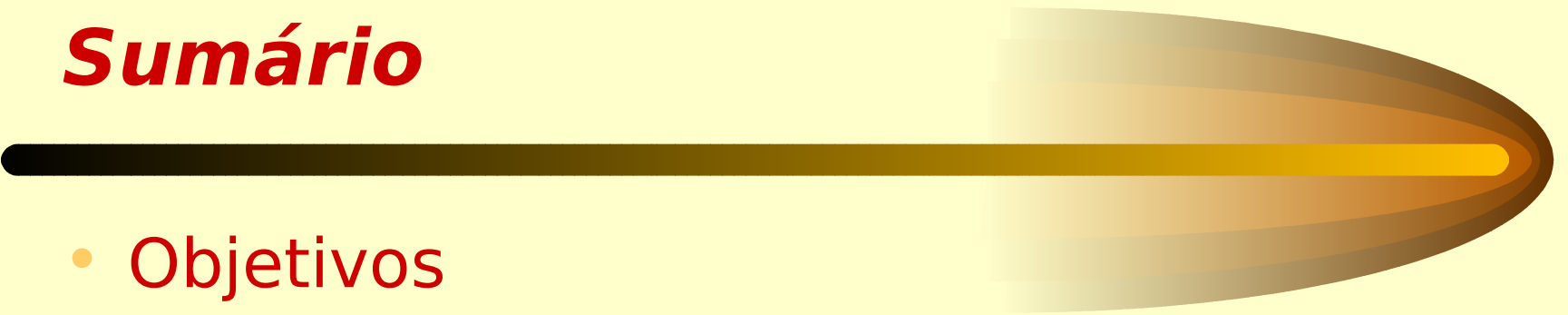
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAS
LABORATÓRIO ASSOCIADO DE COMBUSTÃO E
PROPULSÃO
LABORATÓRIO DE ANÁLISE DE PROPELENTES LÍQUIDOS

LABORATÓRIO DE ANÁLISE DE PROPELENTES LÍQUIDOS LCP – INPE



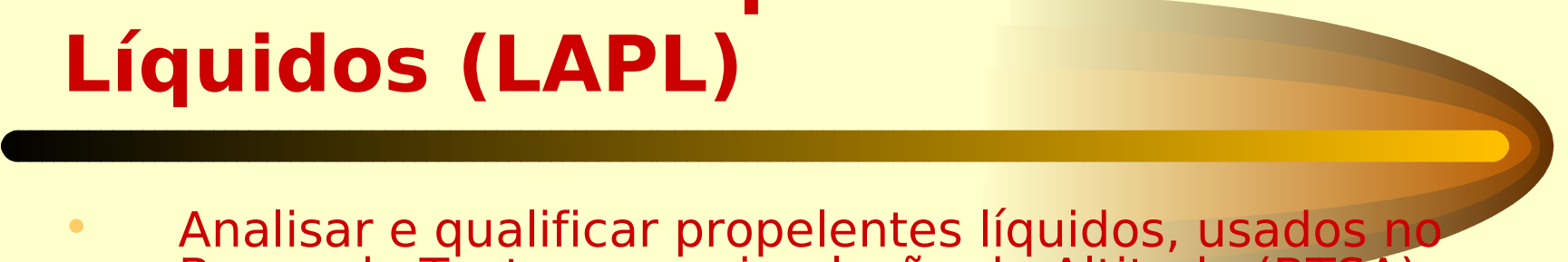
*Lab. de Análise de Propelentes Líquidos / LCP / INPE – Cachoeira
Paulista/SP*

Sumário



- Objetivos
- Principais Atividades
- Rotinas de análises de propelentes
- Rotinas de análises de efluentes
- Qualidade
- Segurança no Trabalho
- Visita às instalações

Objetivos do Laboratório de Análises de Propelentes Líquidos (LAPL)



- Analisar e qualificar propelentes líquidos, usados no Banco de Testes com simulação de Altitude (BTSA) e no Banco de Testes em Condições Atmosféricas (BTCA), de acordo com especificações expressas em normas internacionais;
- Analisar resíduos de propelentes líquidos em efluentes do Laboratório Associado de Combustão e Propulsão (LCP) através de métodos analíticos desenvolvidos pelo próprio LAPL;
- Dar suporte às atividades de pesquisa desenvolvidas no Laboratório Químico do LCP e;
- Desenvolver meios necessários para que o LAPL se torne uma referência nacional em análises de propelentes líquidos.

Organograma do LAPL

INPE – Cachoeira Paulista



L C P / C T

E



B T S A



L A P L

Atividades do LAPL



**Análises de
pureza de
propelentes
líquidos**

**Análises de
cátions em
extratos de
solo**

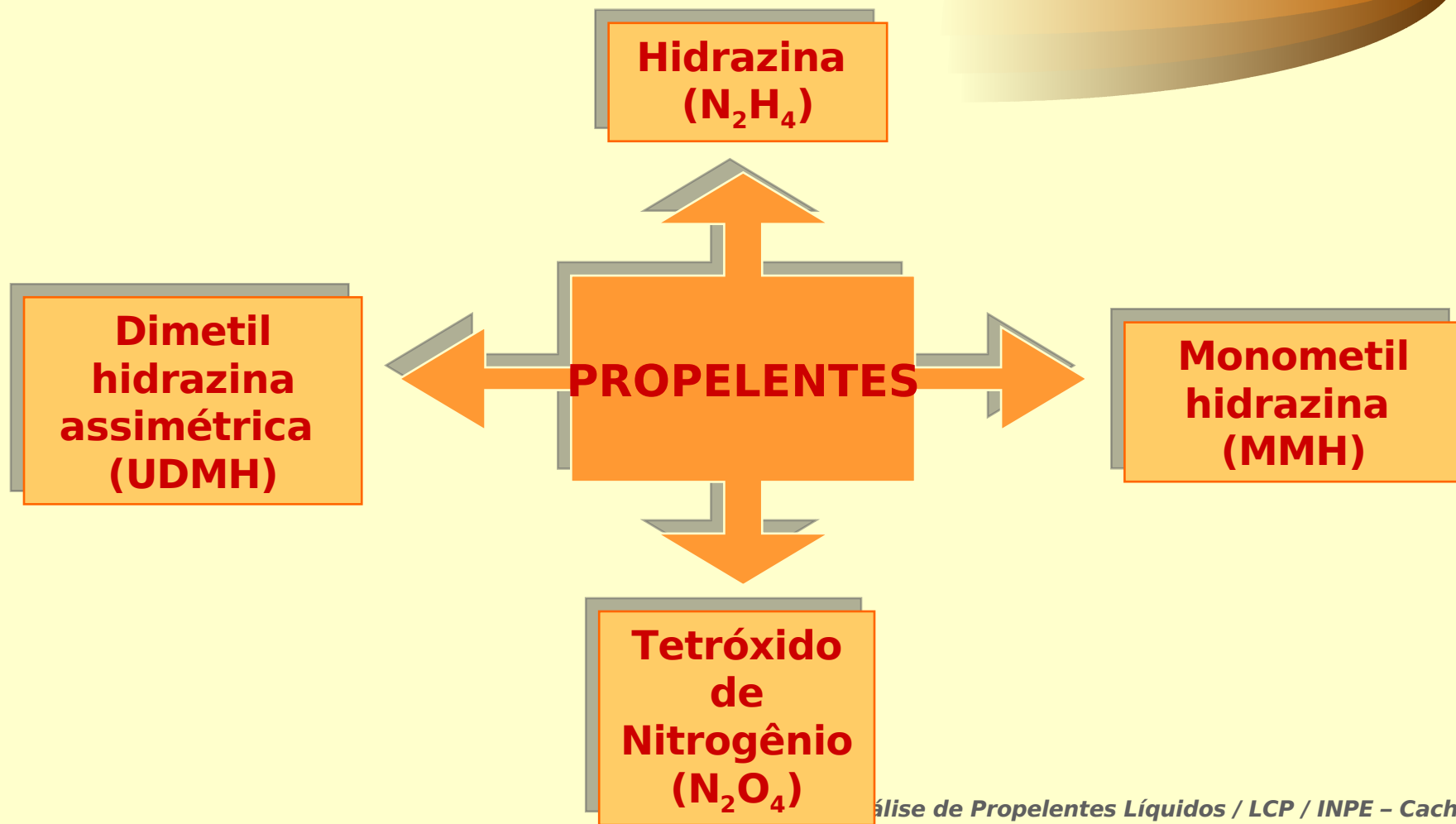
**Medidas
preliminares
para
Implantação da
ISO 17.025**

**Análises de
resíduos de
propelentes em
efluentes**

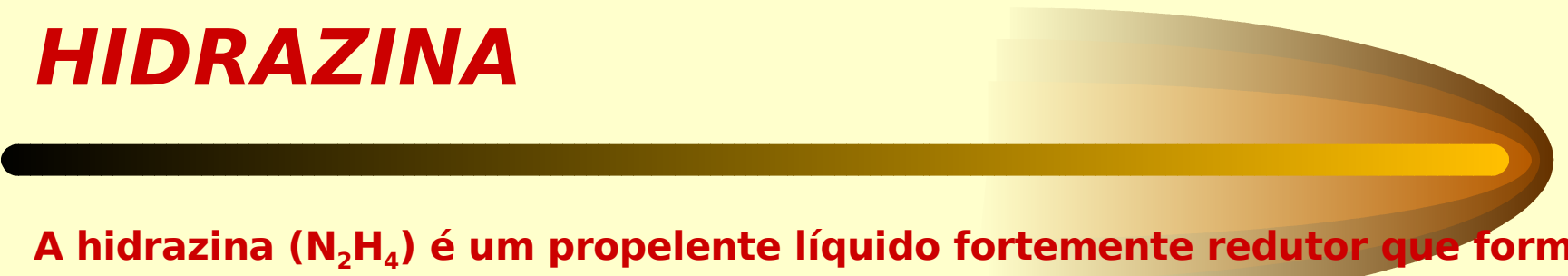
**Análises de
cátions/ânions
em águas
percoladas da
Amazônia**

**Segurança:
Desenvolver
Banco de
dados de MSDS**

Análise da Pureza de Propelentes Líquidos



HIDRAZINA



A hidrazina (N_2H_4) é um propelente líquido fortemente redutor que forma pares hipergólicos com substâncias oxidantes e pode ser dividida em três graus de pureza (tabela 1):

GRAU DE PUREZA PADRÃO

Produção e controle de qualidade convencional desejável para a maioria dos usos;

GRAU DE PUREZA MONOPROPELENTE

Produção convencional e com controle de qualidade específico de contaminantes. Utilizada em Sistemas Micropropulsivos de Satélites, onde o micropropulsor é carregado com catalisadores de $\text{Ir}/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Ir-Ru}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ou carbetos de metais de transição desenvolvidos no Laboratório Associado de Combustão e Propulsão (LCP/INPE);

GRAU DE ALTA PUREZA

Produção e controle de qualidade de impurezas especiais.

HIDRAZINA

TABELA 1 - Propriedades Físicas e Químicas dos Três Graus de Pureza da hidrazina.

PROPRIEDADES	GRAUS DE PUREZA - LIMITES		
	PADRÃO	MONOPROPELEN	ALTA PUREZA
N ₂ H ₄ (% em peso)	≥ 98,0	≥ 98,5	≥ 99,0
H ₂ O (% em peso)	≤ 1,5	≤ 1,0	0,5 ≤ H ₂ O ≤ 1,0
NH ₃ (% em peso)	-	≤ 0,3	≤ 0,3
Carga de particulados (mg/l)	≤ 10	≤ 1,0	≤ 1,0
Cloretos (ppm)	-	≤ 5	≤ 5
Anilina (ppm)	-	≤ 5000	≤ 30
Ferro (ppm)	-	≤ 20	≤ 4
Resíduos não voláteis (ppm)	-	≤ 50	≤ 10
CO ₂ (ppm)	-	≤ 30	≤ 30
Material carbonáceo volátil, como: MMH, UDMH, álcool (ppm)	-	≤ 200	≤ 5

Análise de Hidrazina segundo a Norma MIL-P-26536E

(Principais contaminantes e suas técnicas analíticas).

ANÁLISES	TÉCNICA	COMPONENTES ANALISADOS	EQUIPAMENTO UTILIZADO
PUREZA E TEOR DE ÁGUA E AMÔNIA	Cromatografia Líquida	Amônia, MMH, Água, Hidrazina	AutoSystem XL (Perkin Elmer)
ANILINA	Cromatografia Gasosa e Espectrofotometria	Anilina	AutoSystem XL e Lambda 19 (Perkin Elmer)
TEOR DE CLORETO	Potenciometria	Ânion Cloreto	Íon Específico MA 235 (Perkin Elmer)
TEOR DE FERRO	Espectrometria	Ferro	AA 300 (Perkin Elmer)

Análise de Hidrazina segundo a Norma MIL-P-26536E

(Principais contaminantes e suas técnicas analíticas).

ANÁLISES	TÉCNICA	COMPONENTES ANALISADOS	EQUIPAMENTO UTILIZADO
OUTROS COMPOSTOS CARBONÁCEOS VOLÁTEIS	Cromatografia Gasosa	UDMH, MMH, Amônia e Álcoois não separados	AutoSystem XL (Perkin Elmer)
CARGA DE PARTICULADOS	Filtração e Gravimetria	Partículas maiores que 1 micrometro	Sistema de Filtração da Millipore
RESÍDUOS NÃO VOLÁTEIS	Destilação e Gravimetria	Massa de resíduos de evaporação	Evaporador Rotativo
CO ₂	Infravermelho não-dispersivo	CO ₂	ACS Gás Analyzers Model 3300

Monometilhidrazina (MMH)

A monometilhidrazina (CH_6N_2) é um propelente líquido fortemente redutor que forma pares hipergólicos com substâncias oxidantes . As principais propriedades da monometilhidrazina são apresentadas na tabela 2.

TABELA 2 - Propriedades físicas e químicas da Monometil hidrazina

PROPRIEDADES	GRAUS DE PUREZA - LIMITE
MMH (% em peso)	$\geq 98,3$
H_2O (% em peso)	$\leq 1,5$
Carga de particulados (mg/l)	≤ 10

Análise de Monometilhidrazina segundo a Norma MIL-P-27404B

(Principais contaminantes e suas técnicas analíticas).

ANÁLISES	TÉCNICA	COMPONENTES ANALISADOS	EQUIPAMENTO UTILIZADO
PUREZA E TEOR DE ÁGUA E AMÔNIA	Cromatografia Gasosa	NH ₃ , MMA [1], H ₂ O, metanol, UDMH [2], FMH [3], SDMH [4]	AutoSystem XL (Perkin Elmer)
CARGA DE PARTICULADOS	Filtração e Gravimetria	Partículas maiores que 10 micrometros	Sistema de Filtração da Millipore

NH₃: Amônia

[1]- MMA: Monometilamina

[2]- UDMH: Dimetilhidrazina Assimétrica

[3]- FMH: Formaldeído Metilhidrazona

[4]- SDMH: Dimetilhidrazina Simétrica

Dimetilhidrazina Assimétrica (UDMH)

A Dimetil hidrazina Assimétrica ($C_2H_8N_2$) é um propelente líquido fortemente redutor que forma pares hipergólicos com substâncias oxidantes . As principais propriedades da dimetil hidrazina são apresentadas na tabela 3.

TABELA 3 - Propriedades físicas e químicas da dimetilhidrazina assimétrica

PROPRIEDADES	GRAUS DE PUREZA - LIMITE
UDMH (% em peso)	$\geq 98,0$
H₂O (% em peso)	$\leq 0,3$
Aminas (% em peso)	$\leq 1,5$
N-Nitrosodimetilamina (% em peso)	$\leq 0,01$
Cloretos (% em peso)	$\leq 0,003$
Densidade (g/ml) @ 60°F	0,795 a 0,797 0,784
Carga de particulados (mg/l) @ 20°C	≤ 10

Análise de Dimetilhidrazina Assimétrica (UDMH) segundo a Norma MIL-P-25604E (Principais contaminantes e suas técnicas analíticas).

ANÁLISES	TÉCNICA	COMPONENTES ANALISADOS	EQUIPAMENTO UTILIZADO
PUREZA E TEOR DE ÁGUA E AMÔNIA	Cromatografia Gasosa	NH ₃ , MMA [1], H ₂ O, metanol, UDMH [2], FMH [3], SDMH [4], MMH	AutoSystem XL (Perkin Elmer)
CARGA DE PARTICULADOS	Filtração e Gravimetria	Partículas maiores que 10 micrometros	Sistema de Filtração da Millipore

NH₃: Amônia

[1]- MMA: Monometilamina

[2]- UDMH: Dimetilhidrazina Assimétrica

[3]- FMH: Formaldeído Metilhidrazona

[4]- SDMH: Dimetilhidrazina Simétrica

Tetróxido de Nitrogênio

O Tetróxido de Nitrogênio (N_2O_4) é um propelente líquido fortemente oxidante que forma pares hipergólicos com substâncias redutoras .

Pode ser dividido em três graus de pureza segundo a Norma MIL – P – 26539C e de acordo com a concentração de NO presente, recebe as seguintes denominações:

NTO – “Nitrogen Tetroxide”

MON1 – “Mixed Oxide Nitrogen 1”

MON3 – “Mixed Oxide Nitrogen 3”

Tetróxido de Nitrogênio

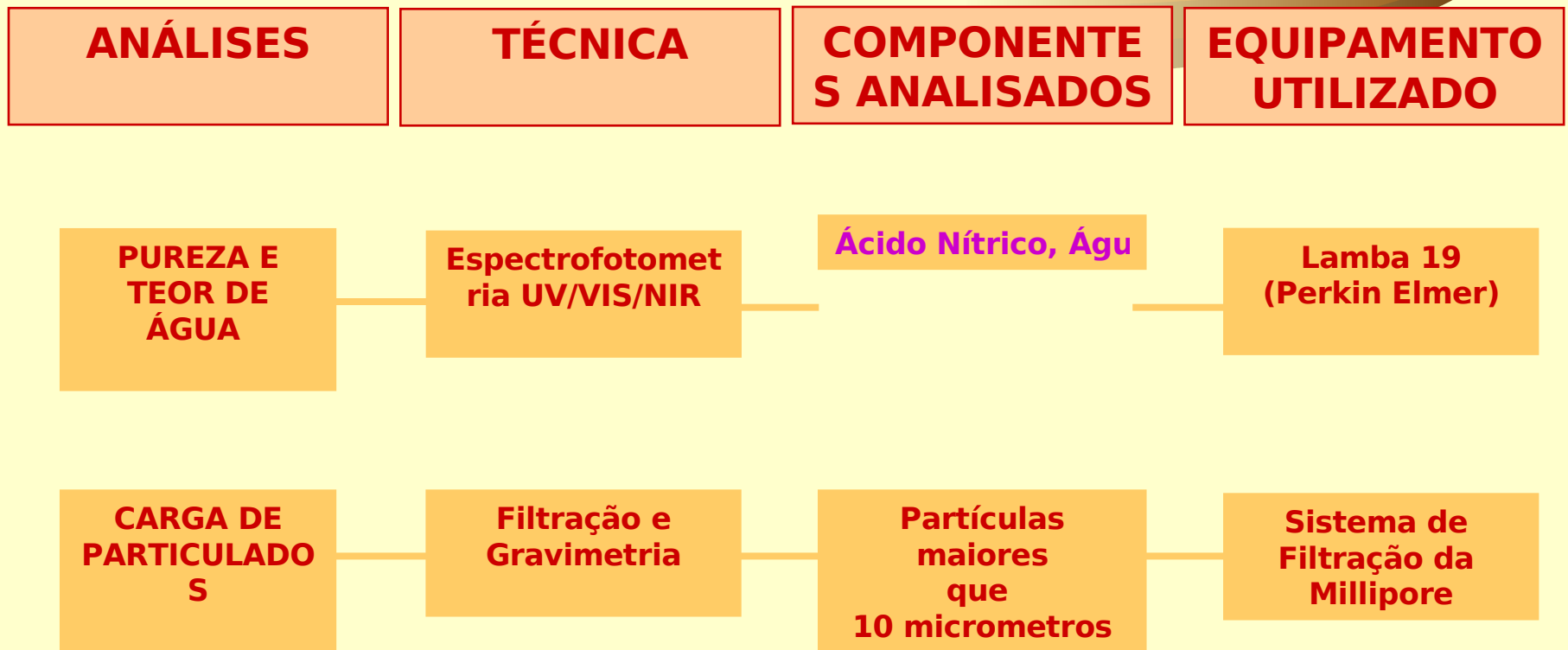
TABELA 4 - Propriedades Físicas e Químicas do tetróxido de nitrogênio

PROPRIEDADES		GRAUS DE PUREZA - LIMITES		
		NTO (Read-Brown) ≥ 99,5	MON-1 (Green) 99,0 – 99,4	MON-3 (Green) 97,0 – 98,5
Tetróxido de nitrogênio N_2O_4 (% em peso)				
Óxido nítrico NO (% em peso)	Máx. Mín.	- (1) - (1)	1,0 0,6	3,0 1,5
N_2O_4 +NO (% em peso)		-	≥ 99,5	≥ 99,5
H_2O 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.

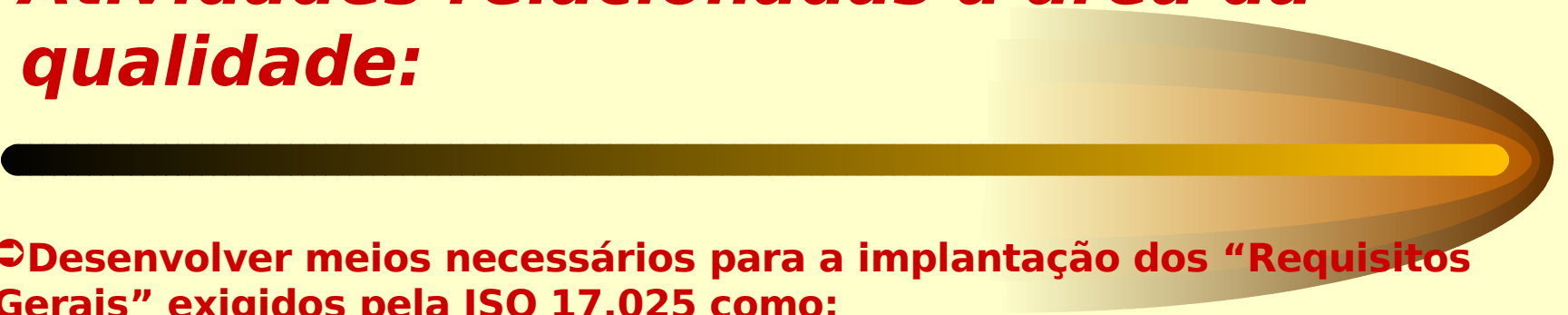
Análise de Tetróxido de Nitrogênio segundo a Norma MIL-P-26539C (Principais contaminantes e suas técnicas analíticas).



Análise de Resíduos de Propelentes em Efluentes.

RESÍDUOS	REFERÊNCIA	TÉCNICA UTILIZADA	COMPONENTES ANALISADOS
Resíduos de Hidrazina (N ₂ H ₄)	Publicação Interna INPE-9562-MAN/32 Publicação Interna INPE-9563-MAN/33 Publicação Interna INPE-9561-MAN/31	Espectrofotometria UV/VIS/NIR	Traços (N ₂ H ₄) Maior que 0,02 ppm
Resíduos de Monometilhidrazina (MMH)		Espectrofotometria UV/VIS/NIR	Traços (MMH) Maior que 1,75 ppm
Resíduos de Dimetilhidrazina Assimétrica (UDMH)		Espectrofotometria UV/VIS/NIR	Traços (UDMH) Maior que 0,78 ppm

Atividades relacionadas à área da qualidade:



➤ **Desenvolver meios necessários para a implantação dos “Requisitos Gerais” exigidos pela ISO 17.025 como:**

- Registro e controle de manutenção, calibração e rastreabilidade das vidrarias, reagentes e equipamentos analíticos
- Banco de dados para controle e registro de estoque, entrada de equipamentos, fornecedores, clientes e resultados analíticos.
- Avaliar as incertezas das análises desenvolvidas no LAPL.

➤ **Desenvolver e publicar (internamente) instruções normativas de trabalho e métodos de validação de análises, buscando reciprocidade entre os métodos analíticos utilizados pelo LAPL com os demais órgãos de normatização: ABNT, ASTM, MILITARY SPECIFICATION, ETC.**

Segurança do trabalho



- ⇒ Desenvolver Banco de Dados de MSDS (fichas de dados de segurança de materiais)**
- ⇒ Identificar os riscos do processo de trabalho e elaborar medidas de prevenção de acidentes.**

Equipamentos Analíticos



Espectrofotômetro modelo Lâmbda 19 da Perkin Elmer

UV/VIS/NIR de 190nm a 3200nm.

Espectrômetro de Absorção Atômica pela chama modelo AA300 da Perkin Elmer.

Cromatógrafo gasoso com amostrador automático modelo AutoSystem XL da Perkin Elmer com detectores FID e TCD.

pHmetro e medidor de íon específico modelo MA 235 da Mettler Toledo.

Balanças analíticas Mettler Toledo.

Evaporador Rotativo, marca Büchi, modelo RE 120.

Sistema de filtração com placa sinterizada da Millipore.



Nossa Equipe

Responsável pelo LAPL:

Dr. Turibio Gomes Soares Neto

turibio@lcp.inpe.br, tel. (012) 3186-9256

Responsáveis pelas Análises:

- Eng. Jorge Benedito Freire Jofre

jofre@lcp.inpe.br, tel (012) 3186-9533

- Química Jalusa Aparecida de Léo

jalusa@lcp.inpe.br, (012) 3186-9533

-Aluna de Iniciação Científica PIBIC/INPE:

Larissa Azevedo Soares