



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

INPE-10105-MAN/34

**ANÁLISE DA PUREZA E TEOR DE ÁGUA EM
DIMETILHIDRAZINA ASSIMÉTRICA SEGUNDO A NORMA
MIL – P – 25604E**

Turíbio Gomes Soares Neto
Jorge Benedito Freire Jofre

Publicação Interna – sua reprodução ao público externo está sujeita à
autorização da chefia.

INPE
São José dos Campos
2003

RESUMO

Este documento tem como principal objetivo estabelecer um procedimento padrão para análise de pureza e teor de água no propelente 1,1-dimetilhidrazina (UDMH) 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 - 25604E editada em 01/10/1997.

**PURITY AND PERCENTAGE OF WATER ANALYSIS IN
1,1 - DIMETHYLHYDRAZINE (UDMH) IN AGREEMENT WITH
THE MIL - P - 25604E NORM**

ABSTRACT

The main objective of this document is to establish a standard procedure for purity and percentage of water analysis in 1,1 - dimethylhydrazine 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-25604E norm that was published in October 1997.

SUMÁRIO

	<u>Pág.</u>
LISTA DE FIGURAS	
LISTA DE TABELAS	
LISTA DE SÍGLAS E/OU ABREVIATURAS	
1. - OBJETIVO E CAMPO DE APLICAÇÃO	7
2. - GRAU DE PUREZA DA DIMETILHIDRAZINA ASSIMÉTRICA	7
3. - CONSIDERAÇÕES SOBRE NORMAS DE SEGURANÇA	8
4. - PUREZA E TEOR DE ÁGUA	9
4.1. - Introdução	9
4.2. - Características do Equipamento	9
4.3. - Características da Coluna	9
4.4. - Condições de Operação	9
4.5. - Condições de Aquisição de Dados	10
4.6. - Cálculos	11
4.7. - Análise em Passos	11
4.8. - Criando um Método de Análise em Passos	15
4.9. - Criando uma Seqüência em Passos	22
5. - MODELO DE RELATÓRIO DE ANÁLISE	25
6. - LISTA DE CHECAGEM DOS PROCEDIMENTOS DE ANÁLISE	28
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	31

LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
1 - Opções do software Turbochrom.	12
2 - Escolha do método para análise de Dimetilhidrazina.	13
3 - Escolha da seqüência para análise de Dimetilhidrazina.	14
4 - Exemplo de identificação das amostras.	14
5 - “Data Channels”.	16
6 - Configuração do amostrador automático.	17
7 - Configuração de acionamento de válvulas.	17
8 - Configuração do fluxo de gás de arraste para coluna capilar.	18
9 - Configuração do fluxo de gás de arraste para coluna empacotada.	18
10 - Configuração das zonas de aquecimento.	19
11 - Configuração dos detectores.	19
12 - Configurações dos eventos durante a corrida.	20
13 - Configurações das escalas dos gráficos.	21
14 - “Quick Method Editor”.	21
15 - Tempo de retenção das substâncias identificadas pelo software	22
16 - “Global Parameters”.	23
17 - “Sequence Template”.	23
18 - “Sequence Information”.	24
19 - “Description”.	24
20 - “File name”	24
21 - Modelo de formulário padrão.	26
22 - Resultados emitidos pelo software Turbochrom	27

LISTA DE TABELAS

	<u>Pág.</u>
1 - Propriedades físicas e químicas da dimetilhidrazina.	7

LISTA DE SIGLAS E/OU ABREVIATURAS

EPI - Equipamento de proteção individual

MMH - Monometilhidrazina

UDMH - Dimetilhidrazina assimétrica

TCD - Detector de condutividade térmica

FID - Detector de ionização de chama

SNECMA – SNECMA MOTEURS

MMA - Monometilamina

SDMH – Dimetilhidrazina simétrica

1. OBJETIVO E CAMPO DE APLICAÇÃO

Este documento tem como principal objetivo estabelecer um procedimento padrão para análise de pureza e teor de água no propelente dimetilhidrazina assimétrica (UDMH) utilizado nos propulsores a 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 - 25604E editada em 01/10/1997.

2. GRAU DE PUREZA DA DIMETILHIDRAZINA ASSIMÉTRICA

As principais propriedades físicas e químicas da dimetilhidrazina assimétrica são apresentadas na tabela 1.

TABELA 1 - PROPRIEDADES FÍSICAS E QUÍMICAS DA DIMETILHIDRAZINA ASSIMÉTRICA

PROPRIEDADES	GRAUS DE PUREZA - LIMITES
UDMH (% em peso)	≥98,0
H ₂ O (% em peso)	≤0,3
Aminas (% em peso)	≤1,5
N-Nitrosodimetilamina (% em peso)	≤0.01
Cloretos (% em peso)	≤0,003
Densidade (g/ml) @ 60°F	0,795 a 0,797
@ 20°C	0,784
Carga de particulados (mg/l)	≤10

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 da dimetilhidrazina assimétrica.

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 está sendo manipulado produto tóxico;
- 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 oxidantes nas proximidades;
- 7) Colocar sistema de exaustão na saída do cromatógrafo e em outros equipamentos;
- 8) Utilização obrigatória do detector de hidrazina;
- 9) Munir-se da Lista de Checagem descrita no item: **6. Lista de Checagem dos Procedimentos de Análise.**

Gostaríamos de salientar que existem algumas publicações internas do INPE, relativo à segurança, manuseio e análise de hidrazina (Calegão et al. (1995); Bressan et al. (1996)).

4. PUREZA E TEOR DE ÁGUA

4.1. Introdução

A determinação da pureza de UDMH e teor de H₂O é efetuada utilizando-se a técnica de Cromatografia em fase gasosa, sendo a metodologia idêntica à aplicada para análise de MMH. Segundo estudos de análise quantitativa de MMH realizadas na SNECMA (Vernon), a coluna PEG 400/Fluoropak 80 (recomendada pela norma MIL) foi substituída pela coluna Quadrol com fase estacionária de N-N-N'-N'- Tétrakis (2 hidroxipropil) Etileno Diamina. Por esse motivo utilizou-se a coluna quadrol ao invés da PEG 400/Fluoropak.

4.2. Características do Equipamento

- Cromatógrafo em fase gasosa, modelo Autosystem XL da Perkin Elmer com:
 - Amostrador automático
 - Detectores de TCD e FID
 - Sistema de Controle e aquisição de dados

4.3. Características da Coluna

- Fase estacionária - N-N-N'-N'- Tétrakis(2 hidroxipropil)Etileno Diamina
- Suporte - Cromosorb WAW – 45/60 mesh
- Concentração de impregnação - ~40%
- Comprimento - 2 m
- Diâmetro - 1/8 “

4.4. Condições de Operação

- Volume injetado de amostra - 1 µl

- Temperatura do injetor - 120 °C
- Temperatura do forno - 70 °C em isoterma
- Gás de arraste - He (pureza em He \geq 99,995 %)
- Vazão do gás de arraste - 30 ml/min.
- Temperatura do detector - 120 °C

4.5. Condições de Aquisição de Dados

Os parâmetros de atenuação, integração, área de descarte, tempos de retenção, etc são definidos no software turbochrom, de acordo com o arquivo denominado de UDMH.mth. A seqüência de amostragem é definida no arquivo UDMH.seq e o resultado da análise é gravado no arquivo UDMH.rpt. Estes arquivos foram criados através da analogia entre a análise de UDMH e MMH, sendo que a análise de MMH foi desenvolvida pelo Me Ch. Blondeau (Blondeau, 1999), quando de sua estadia no Brasil, no período de 11/10 a 30/10/99. Esses arquivos serão detalhados posteriormente.

A seqüência de eluição dos produtos de análise é: ar, Azometano, Amônia + impurezas (M=44), Monometilamina (MMA), Metanol, Dimetilhidrazina assimétrica (UDMH), Formaldeído Monometilhidrazina, H₂O, Dimetilhidrazina simétrica (SDMH), Monometilhidrazina (MMH) e Etilhidrazina.

Antecedendo as análises, realiza-se a passivação da coluna através de 3 injeções sucessivas de 1 µl de UDMH. Para cada amostra, prepara-se 2 frascos para o carrossel do amostrador automático, onde são efetuadas três análises por frasco. Esta seqüência de operação é especificada no arquivo UDMH.seq. Os coeficientes de resposta adotados para o TCD (relativos a UDMH) são todos iguais a 1 (um).

4.6. Cálculos

Para qualquer grau de pureza:

$$\% \text{ UDMH} = \frac{A_{UDMH} \times F_{UDMH} \times 100}{\sum_1^n A_i} \quad (1)$$

$$\% \text{ H}_2\text{O} = \frac{A_{\text{H}_2\text{O}} \times F_{\text{H}_2\text{O}} \times 100}{\sum_1^n A_i} \quad (2)$$

onde :

A = área do pico;

F= fator de atenuação;

$$\sum_1^n A_i = A_{UDMH} \times F_{UDMH} \times 100 + A_{\text{H}_2\text{O}} \times F_{\text{H}_2\text{O}} \times 100 \quad (3)$$

4.7. Análise em Passos

- 1) Preparar solução de $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ a 3% p/p (Ex.: 120 g para 4 L de solução);
- 2) Abrir a válvula do cilindro de gás He e ajustar a pressão de saída para 7 Kgf/cm²;
- 3) Abrir a válvula de posto de He e ajustar pressão para 90 PSI;
- 4) Ligar o disjuntor de segurança;
- 5) Ligar o micro e a impressora;
- 6) Ligar o cromatógrafo Autosystem XL no interruptor frontal do equipamento. O equipamento, automaticamente, executará o método 5 por "default". Este método já está ajustado para também trabalhar com FID sem passagem de gás pelo detetor TCD, assim sendo, a corrente no TCD deverá ser igual a zero ("Range" = 0);

- 7) No microcomputador, carregar o programa Turbochrom clicando com o “mouse” na barra de atalho. Aparecerão na tela as opções do software, como mostra a figura 1;
- 8) Executar os comandos “run” e a seguir opção ‘take control’;
- 9) Executar os comandos “Setup”, escolha o método: method - UDMH.mth (C:\TC4\UDMH\UDMH.mth) e determine Data path - C:\TC4\UDMH, como mostra a figura 2;
- 10) Na tela do “setup” escolher a opção “sequence”. Escolha a seqüência UDMH.seq (C:\tc4\UDMH\UDMH.seq) e determine o data path - C:\TC4\UDMH, conforme mostra a figura 3;

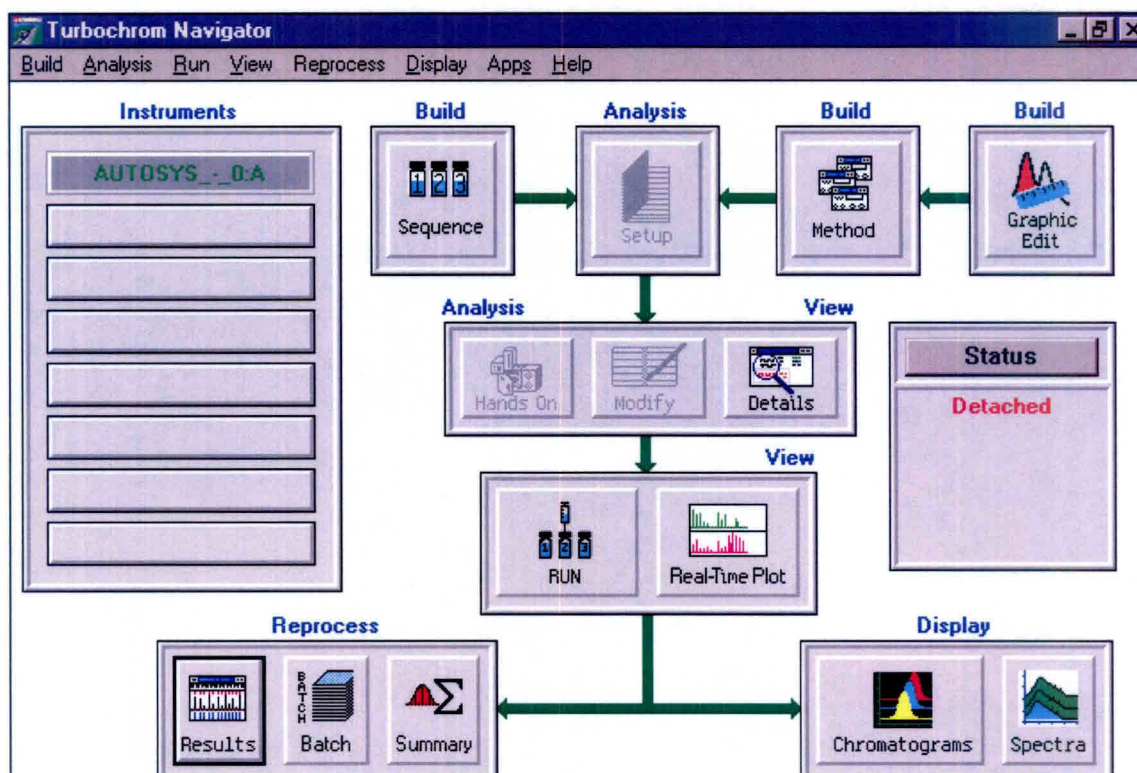


Fig. 1 - Opções do software Turbochrom.

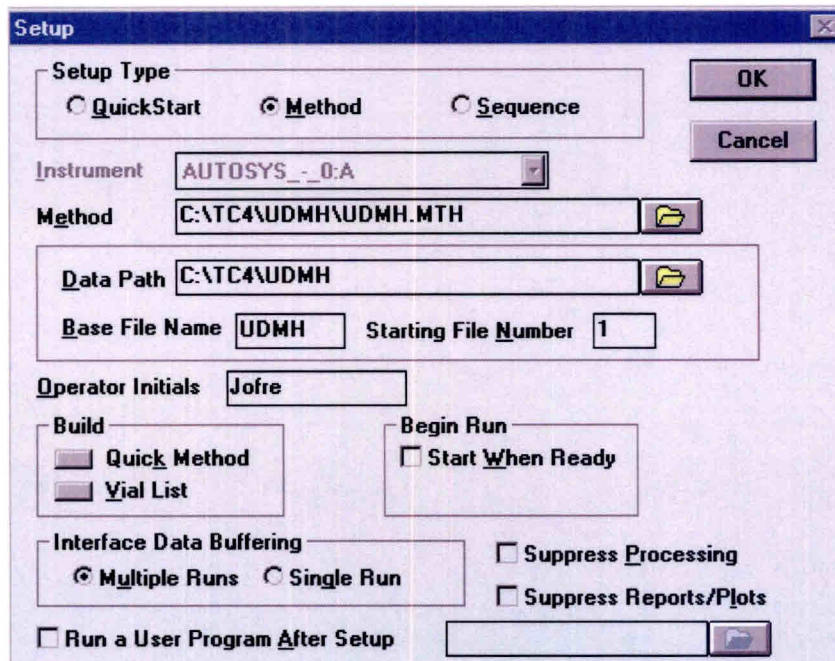


Fig. 2 - Escolha do método para a análise de dimetilhidrazina.

- 11) Habilitar novamente a opção "method" e escolher "Vial List". Completar os campos para identificação das amostras, conforme o exemplo da figura 4. Salvar este novo "Vial List" e fechar este aplicativo;
- 12) Após definirmos método, seqüência e "Vial List", na tela setup clicar OK. Neste momento, o equipamento assumirá as condições de análise;
- 13) Ligar o detector de hidrazina e verificar validade da fita e a carga da bateria;
- 14) Pegar 3 frascos novos de amostras (Part number AV-1242) e colocar no suporte na capela;
- 15) Colocar cartaz na entrada do laboratório indicando que estão sendo manipulados produtos tóxicos;

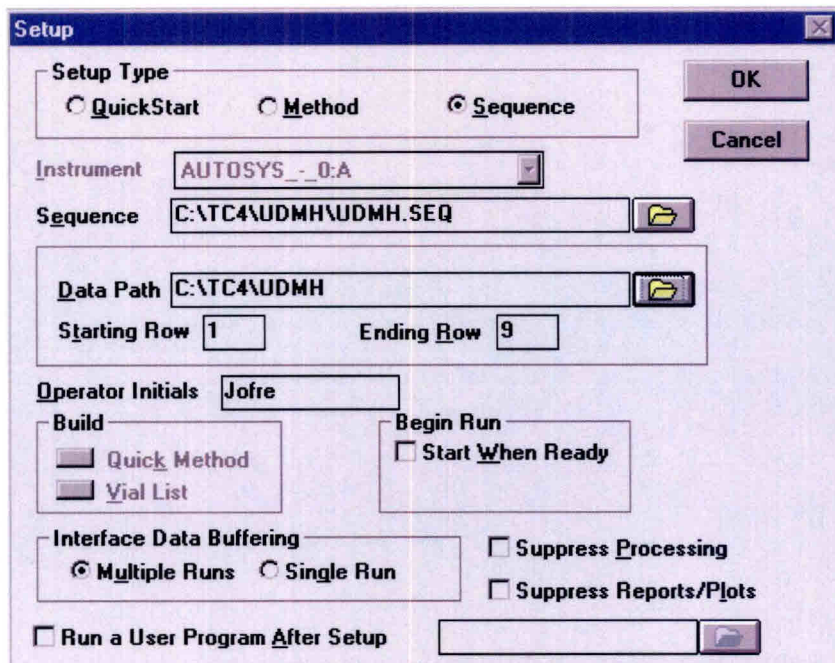


Fig. 3 - Escolha da seqüência para a análise de dimetilhidrazina.

Sequence Information - Channel B

Options Choices Help

Name [40 characters]

sequencia UDMH

Row	Type	Name	Samp #	Site/Vial	Samp Amt	ISID Amt	Samp Vol	Dil
1	Sample	sequencia	1	B 1	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
2	Sample	sequencia	2	B 1	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
3	Sample	sequencia	3	B 1	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
4	Sample	sequencia	4	B 2	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
5	Sample	sequencia	5	B 2	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
6	Sample	sequencia	6	B 2	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
7	Sample	sequencia	7	B 3	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
8	Sample	sequencia	8	B 3	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
9	Sample	sequencia	9	B 3	1.000000	1.000000	1.000	1.000000

Fig. 4 - Exemplo de identificação das amostras.

- 16) Colocar máscara, óculos e luvas. Pegar amostra de UDMH no freezer;
- 17) Encher os frascos na capela utilizando micropipeta volumétrica com capacidade de 1000 µl com ponteira descartável. Transportar frascos de amostras para o carrossel automático do cromatógrafo. Colocar a

- partir da posição 1 externa a amostra 1 (“vial” 1) e na seqüência a amostra 2 (“vial” 2) e amostra 3 (“vial”3);
- 18) Colocar os dois frascos maiores com água, para descarte, na posição 1 e 2 do “Waste”;
 - 19) Verificar com o detector se existe vazamento de propelente para o ambiente;
 - 20) Guardar a amostra de UDMH no freezer;
 - 21) Verificar a estabilidade da linha de base. Normalmente em torno de 40 minutos o sistema está estável;
 - 22) Executar o comando “real time”;
 - 23) Iniciar análise através do comando “Start Run”. Acompanhar gráfico do cromatograma através do comando “real time”;
 - 24) Após o término da análise de cada injeção, o computador emite um relatório das concentrações e um gráfico do respectivo cromatograma;
 - 25) Desprezar os três primeiros resultados (passivação da coluna);
 - 26) Após o término da análise da última amostra injetada, executar o programa PARK.MTH, criado pelo técnico da PERKIN ELMER e adaptado para estas condições de trabalho, para resfriamento da coluna (C:\TC4\DATA1\PARK.mth);
 - 27) Verificar condições do cromatógrafo após o resfriamento através do comando “details”;
 - 28) Fechar o programa turbochrom;
 - 29) Desligar o equipamento;
 - 30) Desligar o computador e a impressora;
 - 31) Fechar as válvulas de posto;
 - 32) Fechar as válvulas dos cilindros de gás.

4.8. Criando um método de Análise em Passos

- 1) Em “Setup”, escolher “method” (fig. 2) e clicar em: “Build-Quick Method”.

- 2) Siga as páginas de configuração para o método "UDMH.mth", modificando o conteúdo dos campos quando necessário e clicando "OK" para passar para as páginas seguintes.
- 3) A primeira tela corresponde a "Data Channel" que deverá ter sua configuração conforme mostrado na figura 5.
- 4) A figura 6 corresponde à configuração do amostrador automático.
- 5) A figura 7 corresponde à configuração de acionamento de válvulas.
- 6) A figura 8 corresponde à configuração do fluxo de gás de arraste para a coluna capilar.
- 7) A figura 9 corresponde à configuração do fluxo de gás de arraste para a coluna empacotada.
- 8) A figura 10 corresponde à configuração das zonas de aquecimento como o forno da coluna, injetores e detectores.

Data Channels

Data Channel

A

B

Dual

Source

Channel A: DetA

Channel B: DetB

Set Data Rate

By Peak Width at Base (s): 12.80

By Sampling Rate (pts/s): 1.5625

Store All Data From Run Data Points: 2343

Delay Time (min): 0.00

Run Time (min): 25.00

OK Cancel

Collect data from channel B only

Fig. 5 - "Data Channels".

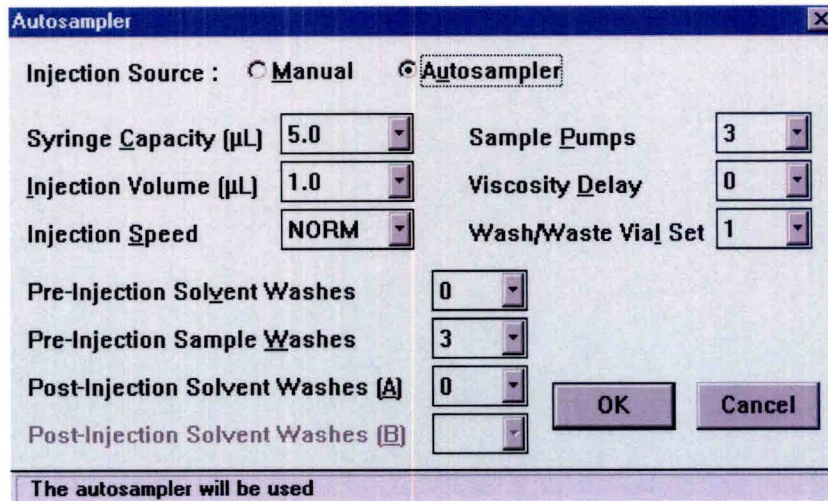


Fig. 6 - Configuração do amostrador automático.

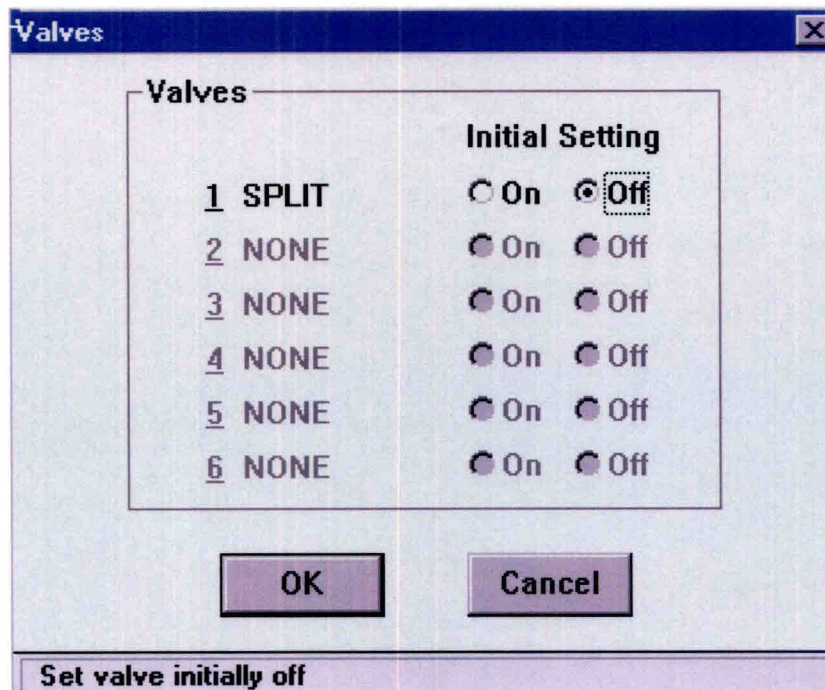


Fig. 7 - Configuração de acionamento de válvulas.

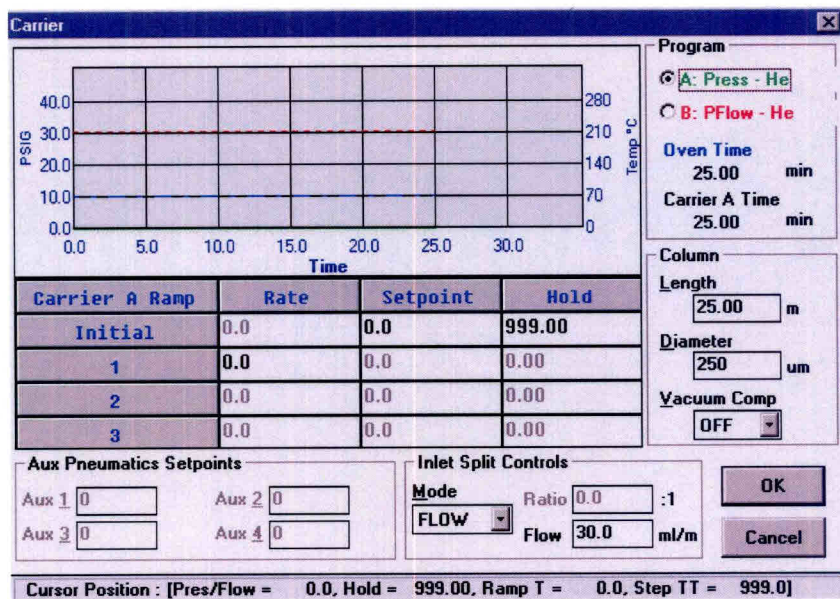


Fig. 8 - Configuração do fluxo de gás de arraste para coluna capilar.

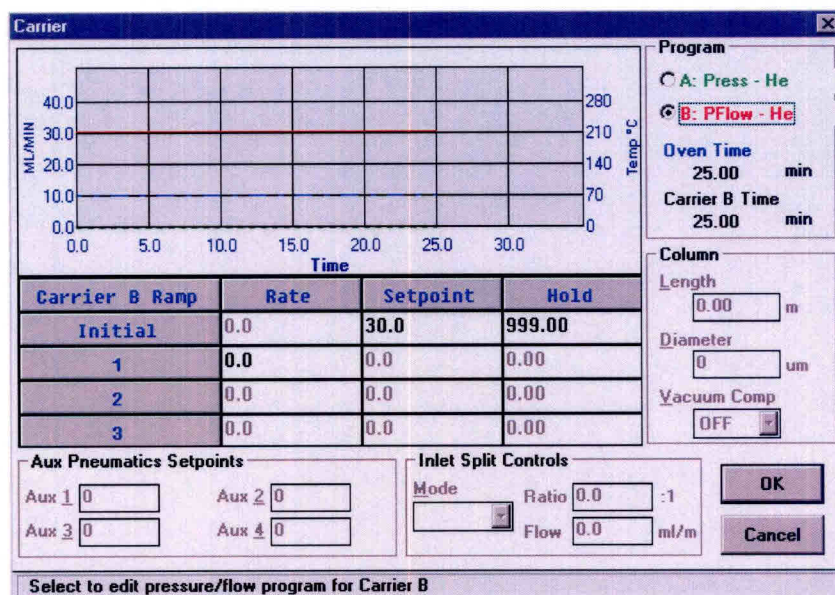


Fig. 9 - Configuração do fluxo de gás de arraste para coluna empacotada.

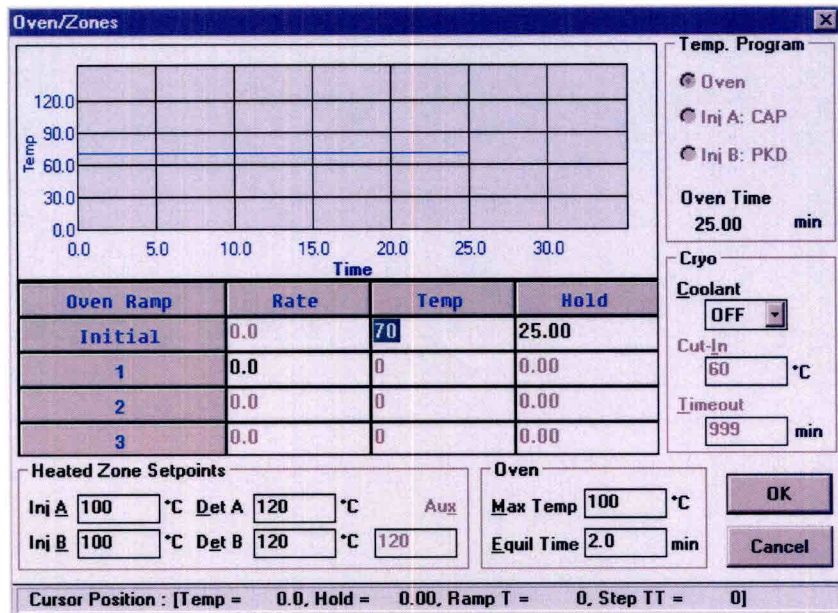


Fig. 10 - Configuração das zonas de aquecimento.

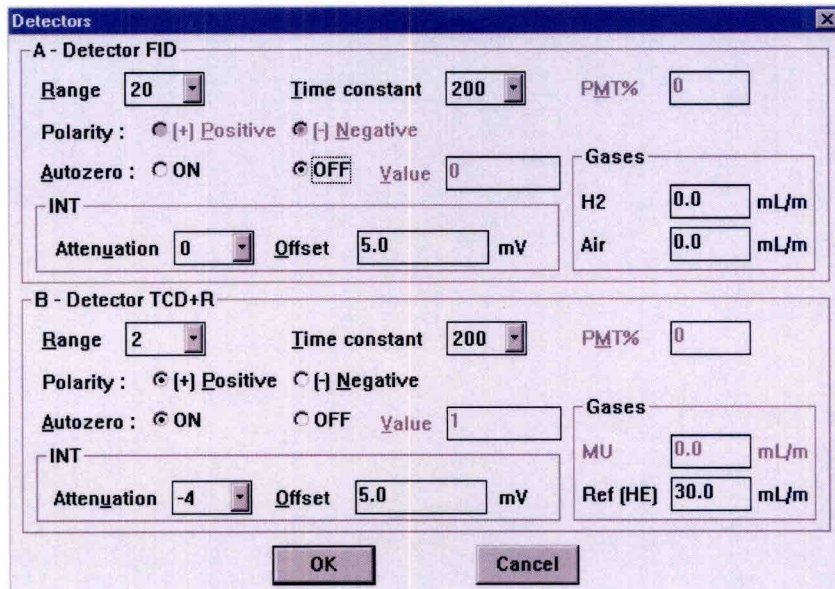


Fig. 11 - Configuração dos detectores.

9) A figura 11 corresponde à configuração dos detectores (FID e DCT).

- 10) A figura 12 mostra as configurações dos eventos durante a corrida.
- 11) A figura 13 apresenta as configurações que as escalas do gráfico assumem no monitor, como "default", durante a corrida da análise.
- 12) A figura 14 apresenta o "Quick Method Editor", que é um resumo das configurações efetuadas no método. Caso seja efetuada alguma alteração no método, salvar ao fechar esse aplicativo.
- 13) A figura 15 mostra configuração dos tempos de retenção das substâncias que devem ser identificadas pelo software.

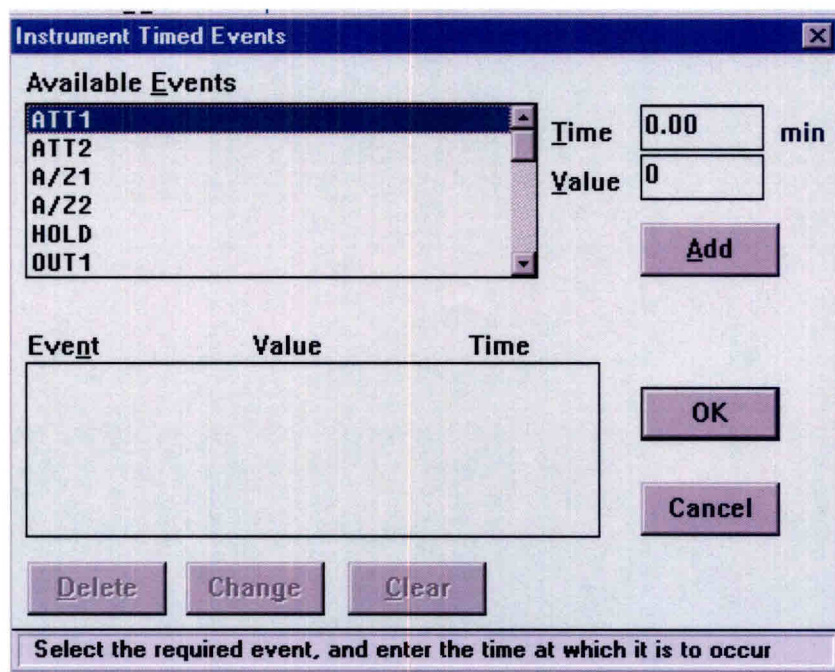


Fig. 12 - Configurações dos eventos durante a corrida.

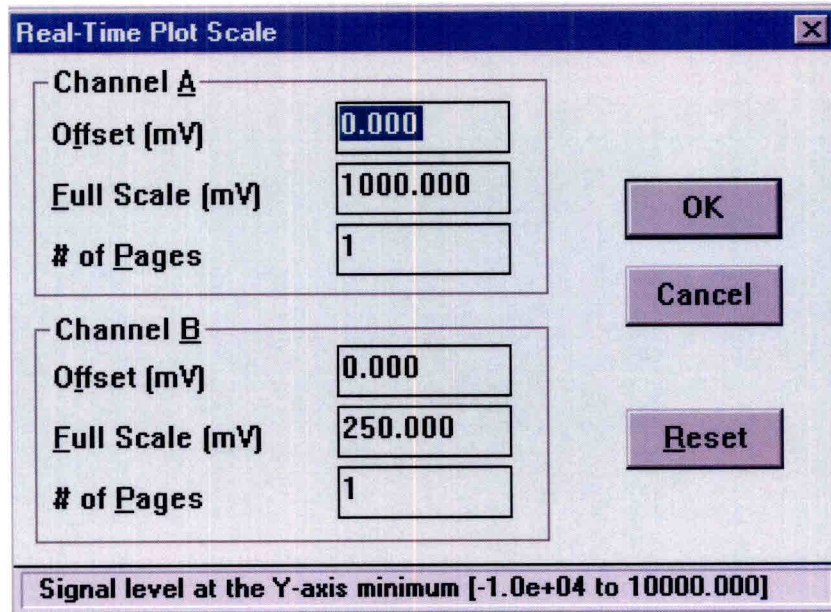


Fig. 13 - Configurações das escalas dos gráficos.

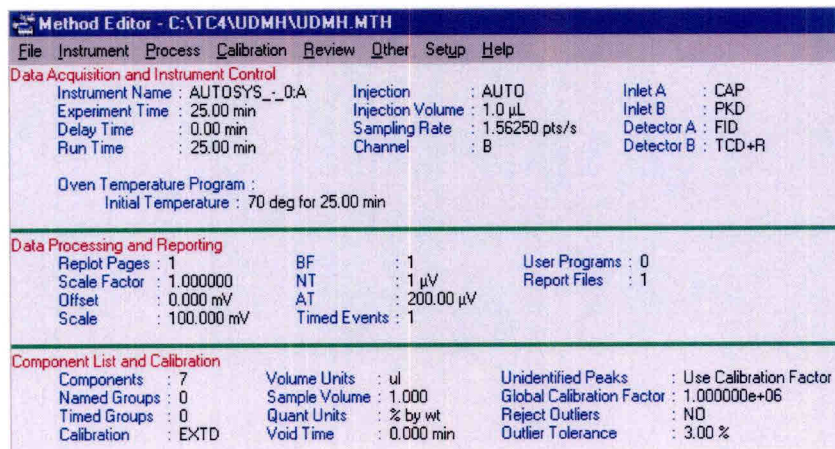
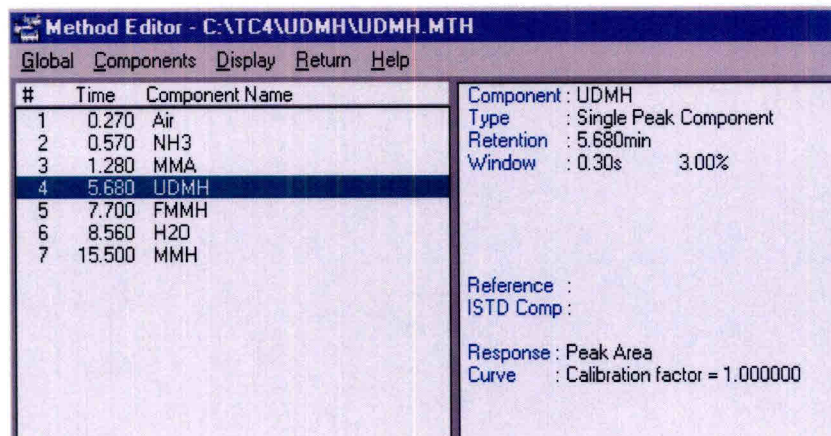


Fig. 14 - "Quick Method Editor".



#	Time	Component Name	Component	Type	Retention	Window
1	0.270	Air	UDMH	Single Peak Component	5.680min	0.30s 3.00%
2	0.570	NH3				
3	1.280	MMA				
4	5.680	UDMH				
5	7.700	FMMH				
6	8.560	H2O				
7	15.500	MMH				

Reference :
 ISTD Comp :
 Response : Peak Area
 Curve : Calibration factor = 1.000000

Fig. 15 - Tempo de retenção das substâncias identificadas pelo software.

4.9. Criando uma Seqüência em Passos

- 1) Clicar na opção "Build-sequence" mostrada na figura 1.
- 2) O software habilitará a opção "Sequence editor". Escolha "File-new". Aparecerá a opção correspondente a "Global Parameters" como mostra a figura 16.
- 3) Na opção "Build" escolha "From Template".
- 4) Aparecerá na tela a opção "Sequence Template". Preencha os campos de configuração para essa opção conforme mostra a figura 17. Clique "OK".
- 5) Na opção "Sequence Editor" que está na tela, escolha "Edit-canal B".
- 6) Aparecerá a opção "Sequence Information-canal B". Preencha os campos de configuração para essa opção conforme mostra a figura 18.
- 7) Salve as configurações usando "File-save as:", preenchendo a opção para descrição dessa nova seqüência como mostra a figura 19 e o nome desse novo arquivo como mostra a figura 20.

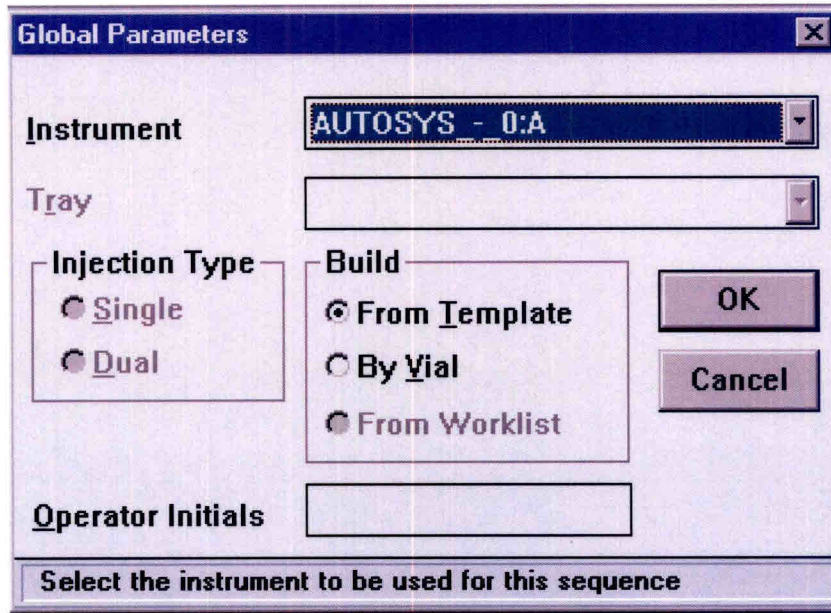


Fig. 16 - "Global Parameters".

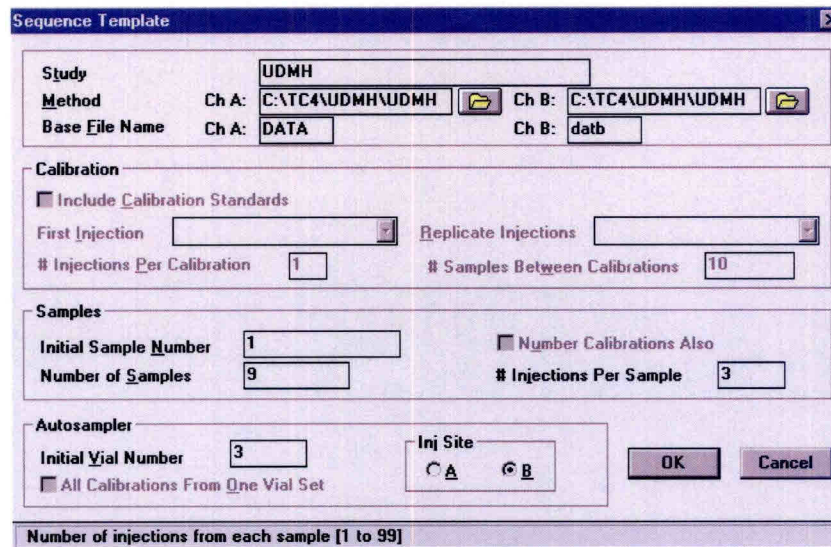


Fig. 17 - "Sequence Template".

Sequence Information - Channel B

Options Choices Help

Vial Number

Row	Type	Name	Samp #	Site	Vial	Samp Amt	ISTD Amt	Samp Vol	Dil
1	Sample	UDMH	1	B	1	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
2	Sample	UDMH	1	B	1	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
3	Sample	UDMH	1	B	1	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
4	Sample	UDMH	2	B	2	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
5	Sample	UDMH	2	B	2	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
6	Sample	UDMH	2	B	2	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
7	Sample	UDMH	3	B	3	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
8	Sample	UDMH	3	B	3	1.000000	1.000000	1.000	1.000000
9	Sample	UDMH	3	B	3	1.000000	1.000000	1.000	1.000000

Fig. 18 - "Sequence Information".

Description

Operator Initials JJ

OK Cancel

Description

Start Audit Log

Sequência para análise de H2O em UDMH

Enter name or initials (up to 10 characters)

Fig. 19 - "Description".

Save As

File Name: udmh.seq

Directories: c:\tc4\udmh

c:\
tc4
udmh

OK
Cancel
Network...

List Files of Type: Sequence Files (*.seq)

Drives: c:

Turbochrom Search Paths

Fig. 20 - "File Name".

5. MODELO DE RELATÓRIO DE ANÁLISE

O relatório de análise deverá constar de:

- a) Um formulário padrão que disponha de campos de identificação da amostra, dados da análise e resultados. O modelo deste formulário é apresentado na figura 21.
- b) Anexos correspondentes aos resultados emitidos pelo software Turbochrom, figura 22.
- c) Anexo correspondente ao cromatograma gerado pela análise.



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

RELATÓRIO DE ANÁLISE Nº 003/01

Dados da amostra

Amostra UDMH Tambor	Lote: #8LC332FM4	Fabr.: OLIN
QUANTIDADE AMOSTRADA 500 ml	PONTO DE COLETA Tambor A0108	DATA/HORA 23/03/01 09:30
Responsável pela amostragem Álvaro e Domingos	Especificação do Fabr. 97.7%	

Dados da análise

Norma: MIL-P-25604E	Técnica: Cromatografia Gasosa	Determinação %H ₂ O em UDMH
Responsável pela análise Jofre / Turibio	N ° DE REPETIÇÃO 03	DATA/HORA 23/03/01 14:00

RESULTADOS

DETERMINAÇÃO	ENCONTRADO	ACEITÁVEL ATÉ
%H ₂ O em UDMH		≤ 1.5%
% UDMH		≥ 98.3%

Fig. 21 - Modelo de formulário padrão.

Software Version: 4.1<2f12>
Date: 26/03/01 09:13
Sample Name : UDMH
Data File : C:\TC4\UDMH\UDMH 001F.RAW Date: 23/03/01 15:48
Sequence File : C:\TC4\UDMH\UDMH.SEQ Cycle: 1 Channel: B
Instrument : AUTOSYS – O:A Rack/Vial: 0/1 Operator: JOFRE
Sample Amount : 1.0000 Dilution Factor: 1.00

Uns-DIMETHYLHYDRAZINE ASSAY AND WATER

Analyse by Chromatographie according Specifications MIL-PRF-25604E

Peak	Component Name	Time [min]	Area [μ V•s]	Area [%]
1		0.14	656	0.01
2	Air	0.29	1081	0.02
3	NH3	0.67	8685	0.12
4	MMA	1.43	38597	0.55
5	UDMH	5.38	6843678	97.45
6	H2O	8.67	112658	1.60
7	MMH	15.66	17582	0.25
			7022938	100.00

Approved by:

=====

=====

Fig. 22 - Resultados emitidos pelo software Turbochrom.

6. LISTA DE CHECAGEM DOS PROCEDIMENTOS DE ANÁLISE.

Ao iniciar uma análise o operador deverá ter obrigatoriamente em mãos uma lista de checagem para conferir, de maneira simplificada, os passos da análise. Caso haja dúvida, consultar o item **4.7 Análise em Passos** do seguinte documento que normatiza o procedimento de análise: **ANÁLISE DE PUREZA E TEOR DE ÁGUA EM DIMETILHIDRAZINA ASSIMÉTRICA SEGUNDO A NORMA MIL – P – 25604E.**

- 1) Atentar para as normas de segurança (item 3. do documento **ANÁLISE DE PUREZA E TEOR DE ÁGUA EM DIMETILHIDRAZINA ASSIMÉTRICA SEGUNDO A NORMA MIL – P – 25604E**);
- 2) Preparar solução de $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ a 3% p/p (Ex.: 120 g para 4 L de solução);
- 3) Abrir a válvula do cilindro de gás He e ajustar pressão de saída para 7 Kgf/cm^2 ;
- 4) Abrir a válvula de posto e ajustar pressão para 90 PSI;
- 5) Ligar o disjuntor de segurança;
- 6) Ligar o micro e a impressora;
- 7) Ligar o cromatógrafo Autosystem XI. O equipamento executa o método 5 por default;
- 8) Carregar o programa Turbochrom;
- 9) Executar os comandos “Setup”, e após escolher o método: method - UDMH.mth (C:\TC4\UDMH\UDMH.mth) e determinar Data path - C:\TC4\UDMH;
- 10) Na tela do “SETUP” escolher a “sequence”. Escolher a sequência UDMH.SEQ (C:\TC4\UDMH\UDMH.SEQ) e determinar Data path - C:\TC4\UDMH;
- 11) Habilitar novamente a opção “method” e escolher “Vial List”. Completar os campos para identificação das amostras;

- 12) Salvar este novo "Vial List" e fechar este aplicativo;
- 13) Após definirmos método, sequência e "Vial List", na tela "SETUP" clicar "OK". Neste momento, o equipamento assumirá as condições de análise;
- 14) Ligar o detector de hidrazina e verificar a validade da fita e a carga da bateria;
- 15) Pegar 3 frascos de amostras novos (Part number AV-1242) e colocar no suporte na capela;
- 16) Colocar cartaz na entrada do laboratório indicando que estão sendo manipulados produtos tóxicos;
- 17) Colocar máscara, óculos e luvas. Pegar amostra de UDMH no freezer e encher os frascos na capela utilizando micropipeta automática com capacidade de 1000 µl com ponteira descartável. Transportar frascos de amostras para o carrocel automático do cromatógrafo. Colocar a partir da posição 1 externa.
- 18) Colocar os dois frascos maiores com água, para descarte, na posição 1 e 2 do "Waste".
- 19) Verificar com o detector se existe vazamento;
- 20) Guardar a amostra de UDMH no freezer;
- 21) Verificar a estabilidade da linha de base. Normalmente após 40 minutos consegue-se esta estabilidade;
- 22) Executar o comando "real time";
- 23) Iniciar a análise através do comando "Start Run". Acompanhar o gráfico do cromatograma através do comando "real time";
- 24) Após o término da análise de cada injeção, o computador emite um relatório das concentrações e um gráfico do respectivo cromatograma;
- 25) Desprezar os três primeiros resultados (passivação da coluna);
- 26) Após o término da análise da última amostra injetada, executar o programa PARK.MTH, criado pelo técnico da PERKIN ELMER, para resfriamento da coluna (C:\TC4\DATA1\PARK.MTH);

- 27) Verificar as condições do cromatógrafo após o resfriamento através do comando “details”;
- 28) Fechar o programa Turbochrom;
- 29) Desligar o equipamento;
- 30) Desligar o computador e a impressora;
- 31) Fechar a válvula de posto;
- 32) Fechar a válvula do cilindro de gás;
- 33) Descontaminar com a solução de hipoclorito de cálcio todo material que esteve em contato com a dimetilhidrazina;
- 34) Emitir relatório de acordo com o item **5. Modelo de Relatório de Análise.**

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Military International Standard (MIL). **MIL-PFR-27404B - Military specification propellant uns-dimethylhydrazine.** USA, 1997.

Calegão, I.C.C; Ferreira, J.L.G.; Ferreira, M.A. **Segurança e manuseio de hidrazina anidra.** São José dos Campos: INPE,1995. 44p. (INPE - 5644 - MAN/04).

Bressan, C.; Calegão, I.C.C; Ferreira, M.A; Vieira, R.L **Procedimento de transferência de hidrazina anidra grau monopropelente.** Cachoeira Paulista: INPE, 1996. 27p. (INPE - 5983 - MAN/09).

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