sid.inpe.br/mtc-m19/2013/03.15.13.01-MAN

ANÁLISE DE CLORETO EM HIDRAZINA SEGUNDO A NORMA MIL-PRF-26536F

Turibio Gomes Soares Neto
Jorge Benetido Freire Jofre
Fabiana Ferrari Dias

Publicação Interna - Sua reprodução ao público externo está sujeita à autorização da chefia.

URL do documento original:
<http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3DNDLEH>

INPE
São José dos Campos
2013

PUBLICADO POR:

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE
Gabinete do Diretor (GB)
Serviço de Informação e Documentação (SID)
Caixa Postal 515 - CEP 12.245-970
São José dos Campos - SP - Brasil
Tel.:(012) 3208-6923/6921
Fax: (012) 3208-6919
E-mail: pubtc@sid.inpe.br

CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO INTELECTUAL DO INPE (RE/DIR-204):
Presidente:
Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação Observação da Terra (OBT)
Membros:
Drª Inez Staciarini Batista - Coordenação Ciências Espaciais e Atmosféricas (CEA)
Drª Maria do Carmo de Andrade Nono - Conselho de Pós-Graduação
Drª Regina Célia dos Santos Alvalá - Centro de Ciência do Sistema Terrestre (CST)
Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID)
Dr. Ralf Gielow - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CPT)
Dr. Wilson Yamaguti - Coordenação Engenharia e Tecnologia Espacial (ETE)
Dr. Horácio Hideki Yanasse - Centro de Tecnologias Especiais (CTE)
BIBLIOTECA DIGITAL:
Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação de Observação da Terra (OBT)
Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID)
Deicy Farabello - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CPT)
REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:
Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID)
Yolanda Ribeiro da Silva Souza - Serviço de Informação e Documentação (SID)
EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:
Maria Tereza Smith de Brito - Serviço de Informação e Documentação (SID)
Luciana Manacero - Serviço de Informação e Documentação (SID)

sid.inpe.br/mtc-m19/2013/03.15.13.01-MAN

ANÁLISE DE CLORETO EM HIDRAZINA SEGUNDO A NORMA MIL-PRF-26536F

Turibio Gomes Soares Neto
Jorge Benetido Freire Jofre
Fabiana Ferrari Dias

Publicação Interna - Sua reprodução ao público externo está sujeita à autorização da chefia.

URL do documento original:
<http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/3DNDLEH>

INPE
São José dos Campos
2013

RESUMO

Este documento tem como principal objetivo estabelecer um procedimento padrão para análise de cloreto no propelente hidrazina (N_2H_4) utilizada nos propulsores a mono e bipropelentes desenvolvidos e/ou testados no Laboratório Associado de Combustão e Propulsão (LCP/CTE/INPE), a fim de se verificar sua conformidade com as especificações expressas na Norma MIL - PRF – 26536F editada em 01/04/11.

CHLORIDE CONCENTRATION ANALYSIS IN HIDRAZINE IN AGREEMENT WITH THE MIL - PRF – 26536F NORM

ABSTRACT

The main objective of this document is to establish a standard procedure for chloride concentration analysis in hydrazine propellant used in the monopropellant and bipropellant thrusters developed and/or tested in the Combustion and Propulsion Associated Laboratory (LCP/CTE/INPE), in order to verify its accordance with the specifications of the MIL – PRF - 26536F norm that was published in April 2011.

LISTA DE FIGURAS

Pág.

Figura 1 - Opções do menu; seleção do método - tela 01.....16
Figura 2 - Opções do menu; seleção do método - tela 02.....17
Figura 3 - Opções do menu; seleção do método; tela 03.....18
Figura 4 – Método para leitura da concentração de Cl^- em ppm; tela 04.....18
Figura 5 - Opções do menu: calibração; tela 01.....19
Figura 6 – Opções do menu: seleção dos pontos de calibração; tela 02.....20
Figura 7 – Seleção dos pontos de calibração; tela 03.....20
Figura 8 - Modelo de relatório de análise..... 22

LISTA DE TABELAS

Pág.

Tabela 1 - Propriedades físicas e químicas dos três graus de pureza da.....9
Tabela 2 - Opções do menu do medidor pH/íon específico – modelo MA.....17

LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS

Cl^- - Cloretos

EPI - Equipamento de proteção individual

MMH - Monometilhidrazina

RNV - Resíduos não voláteis

UDMH - Dimetilhidrazina assimétrica

SUMÁRIO

Pág.

1 OBJETIVO E CAMPO DE APLICAÇÃO 8
2 GRAUS DE PUREZA DA HIDRAZINA 8
3 CONSIDERAÇÕES SOBRE NORMAS DE SEGURANÇA 8
4 ANÁLISE DE CLORETO 10
4.1 Introdução 10
4.2 Equipamentos e acessórios 11
4.3 Cálculos..... 12
4.4 Análise em passos 12
4.4.1 Preparação da solução de calibração 12
4.4.2 Preparação da solução de dosagem..... 14
4.4.3 Operação do medidor de íon específico..... 15
4.4.3.1 Introdução 15
4.4.3.2 Aferindo o eletrodo de íon cloreto 15
4.4.3.3 Selecionando o método de concentração de cloretos..... 15
4.4.3.4 Aferindo o equipamento com os padrões de calibração..... 18
4.4.3.5 Construindo uma nova curva de calibração 19
5 MODELO DE RELATÓRIO DE ANÁLISE 21
6 LISTA DE CHECAGEM DOS PROCEDIMENTOS DE ANÁLISE. 23
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 25

1 OBJETIVO E CAMPO DE APLICAÇÃO

Este documento tem como principal objetivo estabelecer um procedimento padrão para análise de cloreto no propelente hidrazina (N_2H_4) utilizada nos propulsores a mono e 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 – PRF – 26536F editada em 01/04/11.

2 GRAUS DE PUREZA DA HIDRAZINA

A hidrazina pode ser dividida em três graus de pureza (Tabela 1):

a) Grau de Pureza Padrão: Produção e controle de qualidade convencional desejável para maioria dos usos, exceto graus monopropelente e alta pureza.
b) 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 Ir/Al_2O_3, $Ir\text{-}Ru/Al_2O_3$ ou carbetos de metais de transição desenvolvidos no Laboratório Associado de Combustão e Propulsão (LCP/CES/INPE).
c) Grau de Alta Pureza: Produção e controle de qualidade de impurezas específicas.

3 CONSIDERAÇÕES SOBRE NORMAS DE SEGURANÇA

É extremamente importante mencionar os riscos que são inerentes à manipulação de produtos químicos muito tóxicos e instáveis, os quais formam pares hipergólicos, como é o caso da hidrazina.

Tabela 1 - Propriedades físicas e químicas dos três graus de pureza da hidrazina.

PROPRIEDADES	GRAUS DE PUREZA - LIMITES		
	PADRÃO	MONOPROPELENTE	ALTA PUREZA
N_2H_4 (% em peso)	≥ 98	≥ 98,5	≥ 99,0
H_2O (% em peso)	≤ 1,5	≤ 1,0	0,5 ≤ H_2O ≤ 1,0
NH_3 (% em peso)	-	-	≤ 0,3
Carga de particulados (mg/l)	≤ 10	≤ 1,0	≤ 1,0
Cloretos (% em peso)	-	≤ 0,0005 (5 ppm)	≤ 0,0005 (5 ppm)
Anilina (% em peso)	-	≤ 0,5	≤ 0,003 (30 ppm)
Ferro (% em peso)	-	≤ 0,002 (20 ppm)	≤ 0,0004 (4 ppm)
Resíduos não voláteis (% em peso)	-	≤ 0,005 (50 ppm)	≤ 0,001 (10 ppm)
CO_2 (% em peso)	-	≤ 0,003 (30 ppm)	≤ 0,003 (30 ppm)
Outros materiais carbonáceos voláteis totais como: MMH, UDMH, álcool isopropílico (% em peso).	-	≤ 0,02 (200 ppm)	≤ 0,005 (5 ppm)

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 produtos tóxicos estão sendo manipulados;
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); Soares Neto et al. (2001)).

4 ANÁLISE DE CLORETO

4.1 Introdução

A determinação do teor de cloreto é efetuada por análise potenciométrica, utilizando-se um Medidor de Íon Específico. A solução contendo cloreto a ser dosada é preparada a partir dos resíduos obtidos na Análise de Resíduos não Voláteis (RNV). A curva de calibração "tensão em mV" versus "– log da concentração de Cloreto em ppm" é obtida a partir das medidas de condutância em soluções de Cl^- preparadas a partir de uma solução padrão de Cl^-, com certificado de análise, ou preparada no próprio Laboratório.

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

4.2 Equipamentos e acessórios

- Balança Analítica de Precisão com cinco casas decimais, marca METTLER TOLEDO, modelo AT261 Delta Range;
- Estufa do tipo estática operando a 110 ºC ± 5 ºC;
- Medidor de pH/íon específico, marca METTLER TOLEDO, modelo MA 235;
- Eletrodo específico para dosagem de teor de cloretos, marca Mettler Toledo, modelo DX-235;
- Eletrodo de referência apropriado com elemento de referência Ag/AgCl/3 M KCl e eletrólito ponte;
- Solução para enchimento de eletrodo de referência (Eletrólito Ponte) de 1 M KNO_3 (5,06 g/50 mL de H_2O);
- Água destilada isenta de cloreto para preparação de soluções. Considera-se a água livre de cloreto se a dissolução de 0,1 g de nitrato de prata em 100 ml de amostra não provocar turbidez após 24 horas de permanência no escuro;
- Solução de H_2SO_4 1N (29 ml/1000 ml H_2O); manter em frasco de plástico;
- Solução de NaOH 1N (40 g/1000 ml H_2O); manter em frasco de plástico;
- Solução padrão de cloretos (NaCl) 1000 ppm com certificado de análise;
- Solução de ajuste força de íons cloreto (ISA) (0,1 M KNO_3: 2,53 g KNO_3/250 ml H_2O);
- Placa de aquecimento com agitação; Ikamag - Ret-G ou equivalente;
- Agitador magnético;
- Béquer de 30 ml e 100 ml;
- Proveta de 25 ml;
- Balões volumétricos;
- Vidro de relógio;
- Espátula de inox;
- KCl ou NaCl P.A. para preparação do padrão;
- Indicador verde de bromocresol.

4.3 Cálculos

Para todos os graus de pureza, calcular a porcentagem de cloreto na amostra utilizando a seguinte formula:

$$\% \, Cl^{-} = \frac{(\, ppm \, Cl^{-}) \, x \, (V_d)}{(V_h) \, x \, (D) \, x \, (1 \, x \, 10^4)} \qquad (1)$$

$$\% \left[Cl^{-} \right]_{N_2 H_4} = \frac{C - C_B}{4 \, x \, D \, x \, 10^4} \qquad (2)$$

onde,

% Cl^{-} = porcentagem em peso de cloretos;

ppm Cl^{-} = concentração em cloro na solução obtida dos resíduos não voláteis;

V_d = volume final da solução obtida dos resíduos não voláteis em ml;

V_h = volume da amostra de hidrazina usada na análise de resíduos não voláteis;

D = Densidade da hidrazina (1,01 g/ml);

%[Cl^{-}]$_{N2H4}$ = porcentagem em peso de cloreto na hidrazina;

C = concentração em cloreto na solução obtida dos resíduos não voláteis (em ppm);

C_B = concentração em cloreto na solução para teste em branco (em ppm);

D = Densidade da hidrazina (1,01 g/ml);

4 = razão de volumes (200/50), pois se partiu de uma amostra de 200 ml de N_2H_4 e reduziu-se para 50 ml para dosagem de cloretos.

4.4 Análise em passos

4.4.1 Preparação da solução de calibração

Caso esteja disponível a solução padrão de 1000 ppm, desconsiderar os itens de 1 a 3 e executar este procedimento a partir do item 4.

1) Secar cerca de 2,0 g de NaCl ou 2,5 g de KCl em estufa a 110 ºC por 2h. Após esfriar em dessecador.
2) Pesar o mais preciso possível 1,648 g de NaCl ou 2,103 g de KCl.
3) Transferir quantitativamente o sal para balão volumétrico de 1000 ml e dissolvê-lo completamente. Completar o volume com água destilada e deionizada (solução padrão com 1000 ppm de cloretos).
4) Pipetar 1, 5 e 10 ml da solução padrão de cloretos para béquers de 100 ml. Em cada béquer adicionar 20 ml de H_2SO_4 1N e 2 a 3 gotas de verde de bromocresol. Após, adicionar cerca de 20 ml de NaOH 1N ou mais até que a solução torne-se verde (ponto de viragem). Adicionar a cada béquer 2 ml de ISA. Transferir quantitativamente para balões de 100 ml. Completar o volume com água destilada e deionizada. Preparar um balão de 100 ml contendo todas as soluções, exceto íons cloreto (teste branco). Os padrões preparados na diluição terão as concentrações de 10, 50, 100 e 0 (zero) ppm, respectivamente.
5) Colocar cerca de 25 ml de cada balão em Béquer de 30 ml e medir a tensão com o eletrodo de íon específico. Usar agitador magnético para homogeneizar a solução. Use preferencialmente a placa com rotor magnético da marca IKAMAG modelo RET-G com o set point em 200 RPM, tomando o cuidado para que não se crie vortex. Mergulhar o eletrodo próximo à marca graduada de 15 ml do Béquer. Começar pelo teste em branco e após pela solução de menor concentração de cloretos até a de maior concentração. Após cada leitura lavar o eletrodo com água destilada e enxugá-lo com lenço de papel macio.
6) Construir a curva de calibração, com os padrões de 10, 50 e 100 ppm, na forma de tensão = f (log[Cl^-]).

4.4.2 Preparação da solução de dosagem

1) Lavar o resíduo seco de propelente proveniente da análise de resíduos não voláteis (RNV) com uma alíquota de 5 ml de H_2SO_4 1N. Brevemente agite e aqueça o líquido até fervura, não permitindo que o condensado escape, cobrindo o béquer com um vidro de relógio. Transferir a solução para béquer de 25 ml. Lavar o recipiente com uma segunda alíquota de 5 ml de ácido, seguido de 5 ml de água destilada e deionizada. Após a transferência quantitativa do resíduo para o béquer, adicionar 2 a 3 gotas de indicador de verde de bromocresol e neutralizar com cerca de 10 ml de NaOH 1N até a viragem para a coloração verde. Adicionar 1 ml de ISA e transferir quantitativamente para balão de 50 ml. Completar o volume com água destilada e deionizada.
2) Colocar em béquer 10 ml de H_2SO_4 1N , 2 a 3 gotas de indicador verde de bromocresol e neutralizar com cerca de 10 ml de NaOH 1N até a viragem para coloração verde. Adicionar 1 ml de ISA e transferir quantitativamente para balão de 50 ml. Completar o volume com água destilada e deionizada. Esta solução será usada como teste em branco.
3) Colocar cerca de 25 ml de cada balão em béquer de 30 ml e medir a tensão em mV com o eletrodo de íon específico. Usar agitador magnético para homogeneizar a solução. Use preferencialmente a placa com rotor magnético da marca IKAMAG modelo RET-G com o set point em 200 rpm, tomando o cuidado para que não se crie vortex. Mergulhar o eletrodo próximo à marca graduada de 15 ml do Béquer. Começar pelo teste em branco e após pela solução. Após cada leitura lavar o eletrodo com água destilada e enxugá-lo com lenço de papel macio.
4) Calcular a porcentagem de cloretos (%) a partir da concentração em ppm obtida através da curva de calibração “mV” versus “-Log [Cl^-]”.

4.4.3 Operação do medidor de íon específico

4.4.3.1 Introdução

O medidor de íon específico – MA 235 usa um sistema de menus para ajustar suas funções. São nove as opções do menu: calibração, display, sistema 1, sistema 2, limites, datalog (registro de dados), GLP (¨good laboratory practice¨), métodos, ISE (identificação e seleção do eletrodo), conforme mostrado na tabela 2.

Inicialmente ligue o equipamento usando a tecla ON/OFF e em seguida pressione Prog. . Aparecerá no display três das nove opções do menu simultaneamente. Use as teclas de setas para mudar de opção.

4.4.3.2 Aferindo o eletrodo de íon cloreto

Fazer o “slope check” conforme instruções do fabricante. Em um béquer de 150 ml, adicionar 100 ml de água destilada e 2 ml de solução ISA. Colocar o medidor no modo mV. Colocar a ponta do eletrodo na solução. Adicionar 1 ml de padrão 1000 ppm de cloreto ao béquer. Após 1 minuto registrar a voltagem lida. Adicionar a seguir, 10 ml de padrão 1000 ppm de cloreto ao béquer (equivalente a 110 ppm de cloreto). Após 1 minuto, recordar a leitura em mV. Plotar “mV” versus “-Log [Cl^-]”. O slope ideal para o eletrodo de cloreto é entre 52-59.

4.4.3.3 Selecionando o método de concentração de cloretos

Para a seleção do método, executar os seguintes passos:

1) Selecione a opção usando as teclas de setas < >

2) Escolha a opção method e em seguida pressione Enter conforme

mostrado na figura 1.

3) Escolha a opção Load usando as teclas de setas (Fig. 2).

4) Em seguida pressione Enter

5) Escolha o método nº 1 usando o teclado numérico (Fig. 3).

6) Pressione Enter

7) Para habilitar o display parar a leitura de [Cl^-] pressione sucessivamente (fig. 4): Prog Prog

Tela 01

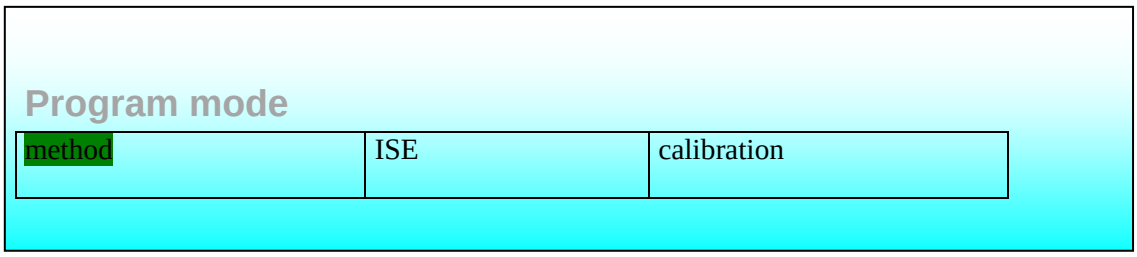

Figura 1 - Opções do menu; seleção do método - tela 01.

Tabela 2 - Opções do menu do medidor pH/íon específico – modelo MA 235 da Mettler Toledo.

1	2	3	4	5
Calibration	**display**	**System 1**	**System 2**	**Limits**
Cal points	Chanel	Time/date	Temp mode	Alarm
Last cal	Conc units	Language	Set temp	Set limits
mV offset	pH resolution	baud	Endpoint Time	temp
6	7	8	9	
datalog	**GLP**	**method**	ISE	
On/off	On/off	Save	Electrode ID	
Timer	Cal alarm	Load	Incremental Tech	
Recall data	ID nº	Reset	Known values	
Clear data			Sample volumes	

Tela 02

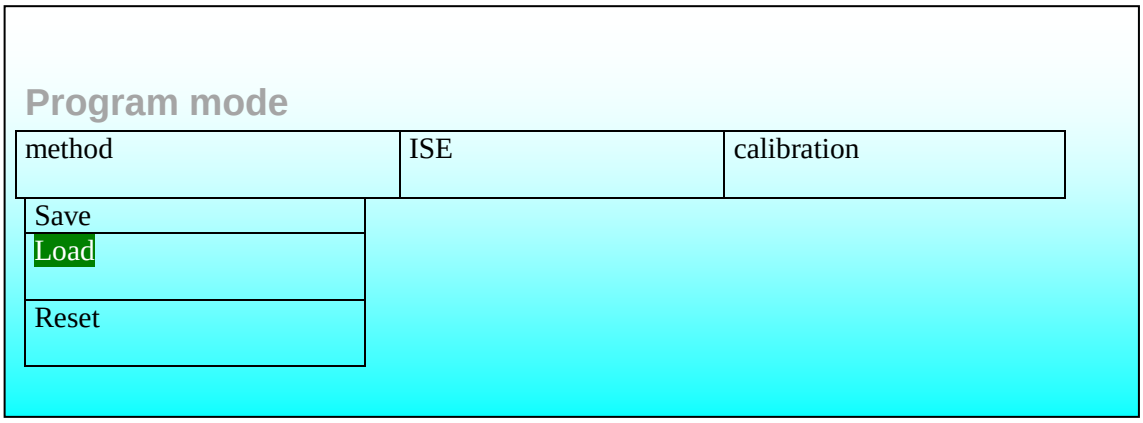

Figura 2 - Opções do menu; seleção do método - tela 02.

Tela 03

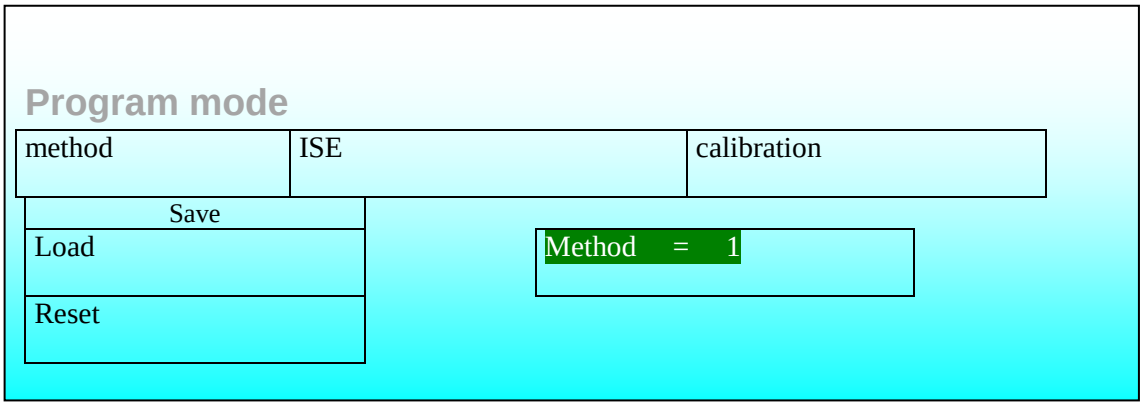

Figura 3 - Opções do menu; seleção do método; tela 03.

Tela 04

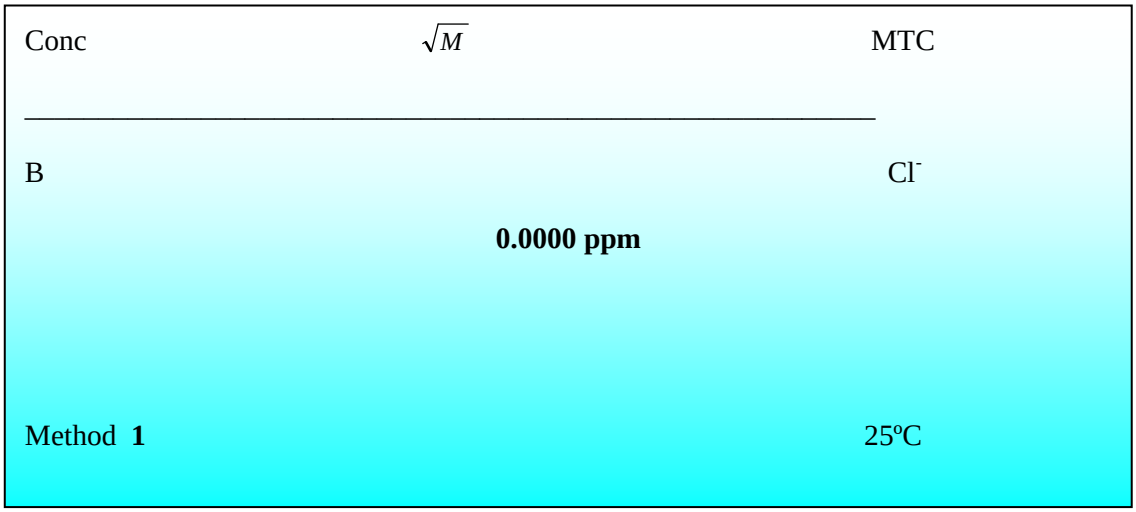

Figura 4 – Método para leitura da concentração de Cl^- em ppm; tela 04.

4.4.3.4 Aferindo o equipamento com os padrões de calibração

Preparados os padrões e a solução em branco como descrito no item 4.4.1, faz-se uma aferição da curva de calibração já existente no MA 235. Proceda as leituras dos padrões como está descrito no item 4.4.3.2. Caso um dos valores

lidos dos padrões exceder +/- 5% de erro, então, é necessário que se faça uma nova curva de calibração.

4.4.3.5 Construindo uma nova curva de calibração

O procedimento para se preparar e medir as soluções padrões é descrito no item 4.4.1.

Para construir uma nova curva de calibração executar os seguintes passos:

1) Pressione Prog.
2) Selecione a opção usando as teclas de setas.
3) Escolha a opção calibration e em seguida pressione Enter conforme mostrado na figura 5.

Tela 01

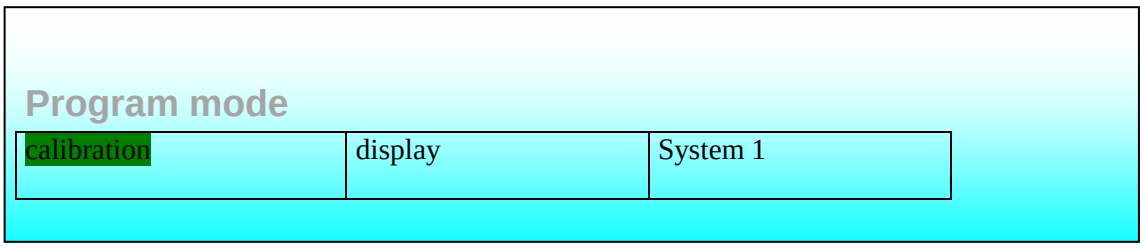

Figura 5 - Opções do menu: calibração; tela 01.

4) O display mostrará quatro opções de calibração (Fig. 6).
5) Escolha a opção cal points e em seguida pressione Enter
6) O display mostrará os pontos de calibração a serem setados (Fig. 7).
7) Pressione Cal
8) O display exibirá a seguinte mensagem: Coloque o eletrodo no buffer de calibração.

9) Proceda a leitura dos padrões como está descrito no item 4.4.1.

10) Selecione no display a concentração correspondente ao padrão a ser calibrado e pressione Read

11) Repita essa operação para os demais padrões.

Tela 02

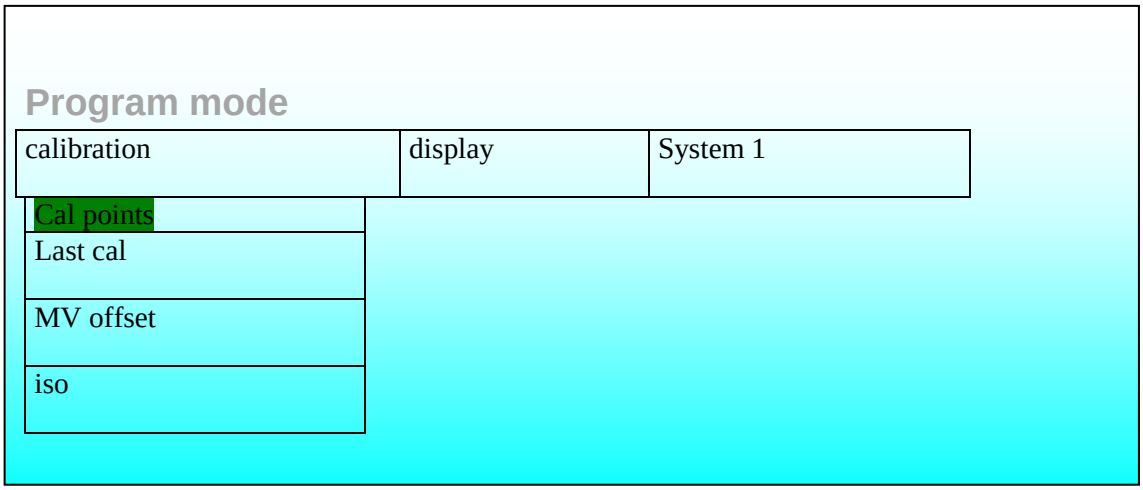

Figura 6 – Opções do menu: seleção dos pontos de calibração; tela 02.

Tela 03

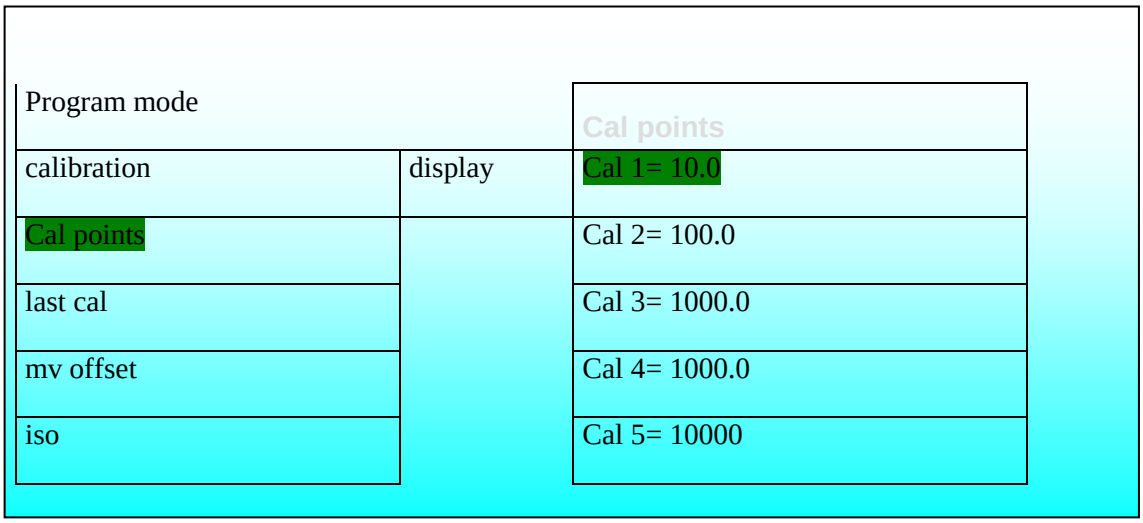

Figura 7 – Seleção dos pontos de calibração; tela 03.

12) Ao final da calibração aparecerá no display o coeficiente de correlação que não deverá ser inferior a 98%. Caso isso ocorra, refaça a curva de calibração e/ou prepare novamente os padrões.

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 na figura 8.

INPE	**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_2H_4 Reservatório	**Lote:** #8LC316FK1	**Fabr.:**
QUANTIDADE AMOSTRADA 500 ml	PONTO DE COLETA *Reservatório BTSA*	DATA/ HORA 05/10/00 09:30
Responsável pela amostragem Álvaro e Domingos	**Especificação do Fabr.** 99.3%	

Dados da análise		
Norma: ***MIL-P-26536E***	**Técnica:** ***Potenciometria/ íon específico***	*Determinação* % de Cloretos

Figura 8 - 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 DE CLORETO EM HIDRAZINA SEGUNDO A NORMA MIL – PRF – 26536F.**

1) Atentar para as normas de segurança (item 3 do documento **ANÁLISE DE CLORETO EM HIDRAZINA SEGUNDO A NORMA MIL – PRF – 26536F**).
2) Lavar o resíduo seco de propelente proveniente da análise de resíduos não voláteis (RNV) com uma alíquota de 5 ml de H_2SO_4 1N. Brevemente agite e aqueça o líquido até fervura, não permitindo que o condensado escape, cobrindo o béquer com um vidro de relógio. Transferir a solução para béquer de 25 ml. Lavar o recipiente com uma segunda alíquota de 5 ml de ácido, seguido de 5 ml de água destilada e deionizada. Após a transferência quantitativa do resíduo para o béquer, adicionar 2 a 3 gotas de indicador de verde de bromocresol e neutralizar com cerca de 10 ml de NaOH 1N até a viragem para a coloração verde. Adicionar 1 ml de ISA e transferir quantitativamente para balão de 50 ml. Completar o volume com água destilada e deionizada.
3) Colocar em béquer 10 ml de H_2SO_4 1N , 2 a 3 gotas de indicador verde de bromocresol e neutralizar com cerca de 10 ml de NaOH 1N até a viragem para coloração verde. Adicionar 1 ml de ISA e transferir quantitativamente para balão de 50 ml. Completar o volume com água destilada e deionizada. Esta solução será usada como teste em branco.
4) Colocar cerca de 25 ml de cada balão em béquer de 30 ml e medir a tensão em mV com o eletrodo de íon específico. Usar agitador magnético para homogeneizar a solução. Use preferencialmente a placa

com rotor magnético da marca IKAMAG modelo RET-G com o set point em 200 rpm, tomando o cuidado para que não se crie vortex. Mergulhar o eletrodo próximo à marca graduada de 15 ml do Béquer. Começar pelo teste em branco e após pela solução. Após cada leitura lavar o eletrodo com água destilada e enxugá-lo com lenço de papel macio.

5) Calcular a porcentagem de cloretos (%) a partir da concentração em ppm obtida através da curva de calibração “mV” versus “-Log [Cl^-]”.
6) Emitir relatório de acordo com o item **5. MODELO DE RELATÓRIO DE ANÁLISE.**

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Military International Standard (MIL). **MIL-PRF-26536F - Performance specification propellant hydrazine.** USA, 1 April 2011.

Soares Neto, T. G.; Jofre, J. B. F. **Análise de cloreto em hidrazina segundo a norma MIL – P – 26536E.** São José dos Campos: INPE, 2001. 23p. (INPE – 8486 – MAN/21).

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 jounalier**. Cachoeira Paulista: INPE, 1999. Relatório de atividades.