

МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

**МЕТОД ИСПЫТАНИЯ НА ПОТЕРЮ МАССЫ И
СОДЕРЖАНИЕ ЛЕТУЧИХ КОНДЕНСИРУЮЩИХСЯ
ВЕЩЕСТВ ПРИ ВАКУУМНО-ТЕПЛОВОМ ВОЗДЕЙСТВИИ**

Издание официальное

БЗ 7—92/825

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ**

**Метод испытания на потерю массы и содержание
летучих конденсирующихся веществ при
вакуумно-тепловом воздействии**

**ГОСТ Р
50109—92**

Nonmetallic materials. Test method for mass
loss and content of volatile condensable materials
in a vacuum-thermal environment

ОКСТУ 4109

Дата введения 01.07.93

Настоящий стандарт распространяется на неметаллические материалы (далее — материалы) наружных поверхностей изделий космической техники, подвергающиеся вакуумно-тепловому воздействию и загрязняющие продуктами газовой выделенной расположенные близко к ним элементы изделий и окружающую среду.

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Сущность метода заключается в вакуумно-тепловом воздействии при определенной температуре на образцы материалов, помещенные в специальные изотермические контейнеры, и в улавливании выделившихся из образцов летучих конденсирующихся веществ охлажденными поверхностями (конденсирующими пластинами).

1.2. Потерю массы и содержание летучих конденсирующихся веществ определяют по разности масс образца и конденсирующей пластины до и после эксперимента.

1.3. Метод позволяет определить количество вещества, оседающего на единицу поверхности конденсирующей пластины, что дает возможность оценить загрязняющую способность продуктов газовой выделенной материалов.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

2. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ

2.1. Образцы материалов должны обеспечивать определение потери массы и содержания летучих конденсирующихся веществ при вакуумно-тепловом воздействии, то есть:

иметь минимальную массу не менее 200 мг;

иметь размеры, обеспечивающие выход летучих конденсирующихся веществ из образца и позволяющие свободно помещать их в контейнеры для испытаний.

2.2. Образцы, поступающие на испытания, должны быть пронумерованы и снабжены сопроводительным листом (или формуляром), в котором указаны наименования материала, марка или номер партии, изготовитель, дата изготовления, обозначение стандарта или технических условий.

2.3. Образцы регистрируют в журнал регистрации, куда вносят данные сопроводительного листа (формуляра).

2.4. Для исключения влияния условий хранения на результаты эксперимента перед испытаниями образцы кондиционируют по ГОСТ 12423.

2.5. Для кондиционирования образцов материалов создают атмосферу с постоянной относительной влажностью $(50 \pm 5)\%$ при температуре (293 ± 3) К $[(20 \pm 3)^\circ\text{C}]$ в эксикаторе или иной камере, подготовленной в соответствии с ГОСТ 12423.

2.6. Образцы материалов размещают в камере кондиционирования так, чтобы возможно бóльшая поверхность каждого из них была подвержена воздействию атмосферы камеры. Для этого образцы располагают на сетках, ребристых подставках и т. п.

2.7. Температура выдержки образцов в условиях кондиционирования (296 ± 2) К $[(23 \pm 2)^\circ\text{C}]$.

2.8. Кондиционирование образцов проводят до того момента, когда уменьшение массы образца составит не более $2 \cdot 10^{-4}$ г за 24 ч при периодичности взвешивания образцов раз в 24 ч.

2.9. Параметры атмосферы и продолжительность кондиционирования должны быть зафиксированы в рабочем (лабораторном) журнале и указаны в протоколе испытаний.

2.10. Перед загрузкой образцов в испытательные контейнеры проводят их подготовку:

образцы твердых материалов (текстолитов, пластиков, пресс-материалов) режут, ломают или дробят на пластинки, кусочки или кубики размером 1,5—3,0 мм и наполняют ими испытательный контейнер;

образцы лент, тканей, пленок и других рулонных материалов нарезают в виде полосок шириной 10—12 мм и длиной 150—200 мм (в зависимости от толщины материала), свертывают в рулончик и помещают в контейнер;

образцы липких материалов (липких лент и пр.) прикрепляют к предварительно очищенной и взвешенной подложке, например к алюминиевой фольге толщиной 50—100 мкм по ГОСТ 618, и испытывают вместе с подложкой, нарезав полосками шириной 10—12 мм и свернув полоски в рулончик;

образцы лакокрасочных материалов перед испытаниями наносят на подложку по ГОСТ 8832 (например алюминиевую фольгу) или готовят в виде свободной пленки по ГОСТ 14243 размером 100×100 мм, высушивают, нарезают полосками шириной 10—12 мм, свертывают в рулончик и помещают в контейнер;

образцы нитей свободно навивают на шаблон диаметром 5—8 мм и помещают в контейнер. Длина образца 3—5 м (в зависимости от толщины нити);

образцы жидкостей (силиконовых и пр.) помещают непосредственно в контейнер или же пропитывают ими предварительно очищенный и высушенный до постоянной массы нейтральный материал (например двуокись кремния по ГОСТ 9428), который затем помещают в контейнер.

2.11. Число параллельных образцов для проведения испытания вычисляют в соответствии с ГОСТ 9.707, приложение 3, но образцов должно быть не менее двух.

3. СРЕДСТВА ИСПЫТАНИЯ

Средства испытания должны обеспечивать выполнение требований пп. 2.5, 2.7, 2.8, 4.2, 4.4, 4.5, 4.7—4.13 настоящего стандарта.

Перечень рекомендуемых средств испытания приведен в приложении 1.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Перед каждым испытанием вакуумную камеру и нагревательный блок тщательно очищают матерчатыми салфетками, смоченными растворителями.

4.2. Контейнеры для испытания образцов и конденсирующие пластины маркируют, перед каждым испытанием промывают этиловым спиртом (расход спирта по 10 мл на один контейнер, один сепаратор и одну конденсирующую пластину) и высушивают. Трудно смываемые этиловым спиртом налеты предыдущего испытания на контейнерах и конденсирующих пластинах промывают другими растворителями или горячей водой с помощью любых мощных средств, ополаскивают дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу до постоянной массы.

4.3. Чистые контейнеры и конденсирующие пластины до испытаний хранят в эксикаторах с силикагелем или другими осушителями.

4.4. В предварительно взвешенный на аналитических весах чистый и сухой испытательный контейнер помещают подготовленный в соответствии с требованиями разд. 2 образец материала и взвешивают. Взвешивание проводят с погрешностью $\pm 0,0002$ г. Массу образца определяют по разности между массой контейнера с образцом и массой пустого контейнера. В рабочем журнале делают соответствующую запись. Контейнер закрывают крышкой и помещают в ячейку нагревательного блока. Номер контейнера с образцом записывают в рабочем журнале.

4.5. Чистую и сухую конденсирующую пластину взвешивают на микроаналитических весах с погрешностью $\pm 0,00002$ г. Предварительно массу пластины определяют с погрешностью $\pm 0,01$ г на технхимических весах и устанавливают в гнездо над соответствующим контейнером. Номер конденсирующей пластины и результаты взвешивания записывают в рабочем журнале.

4.6. Блок охлаждения, сепаратор и охлаждаемый приемник устанавливают в нагревательное устройство и зажимают скобами.

4.7. Вакуумную камеру закрывают и откачивают до остаточного давления не более $7 \cdot 10^{-4}$ Па.

В рабочем журнале отмечают время начала откачки. Время откачки не должно превышать 2 ч. Большее время указывает на то, что для данной вакуумной системы слишком велика газовая нагрузка. В этом случае необходимо либо уменьшить число одновременно испытываемых образцов, либо использовать более производительную вакуумную систему.

4.8. С помощью ультратермостата доводят температуру конденсирующей пластины до $(298 \pm 0,5)$ К [$(25 \pm 0,5)^\circ\text{C}$].

4.9. После этого включают нагревательное устройство и за 60 мин доводят в нем температуру до (398 ± 1) К [$(125 \pm 1)^\circ\text{C}$].

4.10. Образцы материалов выдерживают в нагревательном устройстве 24 ч при температуре (398 ± 1) К [$(125 \pm 1)^\circ\text{C}$].

4.11. Контроль за температурой образцов осуществляют с помощью хромель-копелевой термопары и потенциометра КСП-4.

4.12. Через 24 ч закрывают высоковакуумный затвор, выключают питание нагревательного устройства, открывают вентиль на камере и напускают в нее очищенный сухой азот избыточного давления 10—30 кПа для быстрого охлаждения нагревательного устройства.

В рабочем журнале отмечают время окончания опыта.

4.13. Нагревательное устройство охлаждают до температуры (323 ± 2) К [$(50 \pm 2)^\circ\text{C}$], доводят давление в вакуумной камере до атмосферного и открывают камеру.

4.14. Контейнеры с образцами и конденсирующие пластины вынимают из камеры и помещают в эксикаторы с осушителем.

4.15. Конденсирующие пластины взвешивают на микроаналитических весах сразу же после выемки из камеры и делают соответствующую запись в рабочем журнале.

4.16. После охлаждения контейнеров с образцами до комнатной температуры, но не позднее чем через полчаса, их взвешивают и делают соответствующую запись в рабочем журнале.

4.17. Периодически (раз в месяц) проверяют чистоту камеры, устанавливая в блок нагревания два чистых пустых контейнера и над ними две чистые конденсирующие пластины. Потеря массы контрольной конденсирующей пластины свидетельствует о плохой подготовке и очистке. Привес более чем на 60 мкг не допускается. Причины изменения массы конденсирующей пластины более чем на ± 60 мкг должны быть установлены и устранены, эксперимент повторен.

5. ОБРАБОТКА И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Относительную потерю массы ($X_{\text{пм}}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{\text{пм}} = \frac{(M_1 - M_2)}{M} \cdot 100,$$

где M — масса образца, г;

M_1 — масса контейнера с образцом до испытания, г;

M_2 — масса контейнера с образцом после испытания, г.

5.2. Содержание летучих конденсирующихся веществ ($X_{\text{лкв}}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{\text{лкв}} = \frac{(M_2 - M_1)}{M} \cdot 100,$$

где M_2 — масса конденсирующей пластины с налетом, г;

M_1 — масса конденсирующей пластины до испытания, г.

5.3. Окончательным результатом считают среднее арифметическое из испытаний заданного числа образцов.

Результаты вакуумно-тепловых испытаний образцов материалов оформляют в виде протокола испытаний по форме, приведенной в приложении 2.

6. ОТБОР МАТЕРИАЛОВ

6.1. Для наружных поверхностей изделий космической техники, подвергающихся вакуумно-тепловому воздействию, рекомендуется применять неметаллические материалы, имеющие общую потерю массы не более 1% и содержание летучих конденсирующихся веществ не более 0,1%.

6.2. При превышении норм, установленных в п. 6.1, применение материала может быть рекомендовано только в случае невоз-

возможности замены его другим материалом с меньшим газовыделением.

6.3. непригодным для наружных поверхностей изделий также следует считать материал, если при газовыделении, не превышающем значения, рекомендуемые по п. 6.1, из него выделяются окрашенные продукты, которые могут влиять на эксплуатационные характеристики элементов и приборов изделий.

6.4. В исключительных случаях (при отсутствии соответствующего материала или снятия материала с производства без альтернативной замены) предприятие — разработчик изделий может устанавливать свои критерии газовыделения.

7. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1. Безопасность труда при проведении испытаний обеспечивается выполнением требований ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.019, ГОСТ 12.3.003 и ГОСТ 12.3.019.

7.2. Пожарная безопасность обеспечивается выполнением требований ГОСТ 12.1.004.

7.3. Температура воздуха, относительная влажность воздуха, атмосферное давление, уровень звукового давления и содержание вредных примесей в рабочей зоне помещений для испытаний не должны превышать норм, установленных СН—245—71.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

ПЕРЕЧЕНЬ СРЕДСТВ ИСПЫТАНИЯ

Для вакуумно-тепловых испытаний материалов можно использовать следующую аппаратуру и реактивы:

- насос форвакуумный типа НВР-ЗД;
- насос высоковакуумный, обеспечивающий давление в камере $7 \cdot 10^{-4}$ Па;
- измеритель давления типа ВИТ с термодатчиком и ионизационным датчиком по ГОСТ 2405;
- термопара хромель-копелевая по ГОСТ 3044 в комплекте с регистрирующим потенциометром КСП-4, проградуированная совместно, по ЭД1 ГОСТ 7164;
- омический нагреватель — лампа КГ-220—1000 по ГОСТ 2239;
- ультратермостат типа УТ-15 по ТУ 64—1—2622;
- эксикаторы по ГОСТ 23932;
- термометр контактный ТПК по ГОСТ 9871;
- электрошкаф сушильный лабораторный типа СНОЛ по ТУ 16.531.409;
- весы теххимические, имеющие погрешность $\pm 0,01$ г, весы аналитические типа ВЛА-200 и весы микроаналитические типа ВЛР-20г с погрешностью $\pm 0,00002$ г по ГОСТ 24104;
- пинцеты металлические по ГОСТ 21241;
- окись кремния безводная (силикагель) по ГОСТ 9428;
- ацетон по ГОСТ 2603;
- бензин по ТУ 38.401—67—108;
- уайт-спирит по ГОСТ 3134;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- спирт технический ректифицированный по ГОСТ 18300;
- ксилол по ГОСТ 9410;
- толуол по ГОСТ 14710;
- растворители по ГОСТ 7827;
- салфетки бязевые по ГОСТ 11680;
- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026;
- азот жидкий по ГОСТ 9293;
- углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288;
- циклогексан технический по ГОСТ 14198;
- нагревательное устройство, состоящее из медного блока, снабженного омическим нагревателем, сепаратора, контейнера, блока охлаждения.

В медном блоке высверлено 12 отверстий для размещения испытательных контейнеров с находящимися в них образцами. Мощность, подводимую к омическому нагревателю, регулируют по показанию термопары. Регулятор температуры должен обеспечить температуру медного блока (398 ± 1) К $\{(125 \pm 1)^\circ\text{C}\}$.

Испытательный контейнер представляет собой тонкостенный стаканчик из нержавеющей стали по ГОСТ 19904 или из другого материала, не взаимодействующего с испытуемым материалом, с конической крышкой; имеющей отверстие диаметром 6,5 мм, через которое пары, выделяющиеся из образца, должны попадать в коллекторную камеру и осаждаться на съемную конденсирующую пластину из нержавеющей стали (допускается применение стеклянных по ГОСТ 3514, кварцевых по ГОСТ 15130 пластин или пластин из других материалов, имитирующих загрязняемые поверхности, что оговаривают в рабочем журнале и протоколе испытаний).

Охлаждение конденсирующих пластин обеспечивают пропусканием термостатированной по ГОСТ 2874 с помощью ультратермостата УТ-15 по ТУ 64—1—2622 воды через блок охлаждения, прижатый к конденсирующим пластинам.

Контроль и поддержание заданной температуры производят с помощью контактного термометра.

Конденсирующие пластины отделяют друг от друга сепаратором.

*ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое*

ФОРМА ПРОТОКОЛА ИСПЫТАНИЯ МАТЕРИАЛОВ НА ПОТЕРЮ МАССЫ И СОДЕРЖАНИЕ ЛЕТУЧИХ КОНДЕНСИРУЮЩИХСЯ ВЕЩЕСТВ ПРИ ВАКУУМНО-ТЕПЛОВОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

1. Объект испытания _____
данные сопроводительного листа или формуляра

2. Испытательный стенд _____
тип, индекс

3. Условия кондиционирования образцов:

относительная влажность _____

температура _____

4. Продолжительность кондиционирования _____

5. Условия испытания:

вакуум _____

температура нагрева образцов _____

температура конденсирующей пластины _____

продолжительность испытания _____

6. Результаты испытания:

Наименование материала	Марка, тип	Газовыделение		Характер налета ЛКВ (цвет, качество и пр.)
		Потеря массы, %	Количество ЛКВ, %	

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ЦНИИМашиностроения
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением
Госстандарта России от 05.08.92 № 884
3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН-
ТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 9.707—81	2.11
ГОСТ 12.1.004—91	7.2
ГОСТ 12.1.007—76	7.1
ГОСТ 12.1.019—79	7.1
ГОСТ 12.3.003—86	7.1
ГОСТ 12.3.019—80	7.1
ГОСТ 618—73	2.10
ГОСТ 2239—79	Приложение 1
ГОСТ 2405—88	Приложение 1
ГОСТ 2603—79	Приложение 1
ГОСТ 2874—82	Приложение 1
ГОСТ 3044—84	Приложение 1
ГОСТ 3134—78	Приложение 1
ГОСТ 3514—76	Приложение 1
ГОСТ 6709—72	Приложение 1
ГОСТ ЭД—1 7164—78	Приложение 1
ГОСТ 7827—74	Приложение 1
ГОСТ 8832—76	2.10
ГОСТ 9293—74	Приложение 1
ГОСТ 9410—78	Приложение 1
ГОСТ 9428—73	2.10, приложение 1
ГОСТ 9871—75	Приложение 1
ГОСТ 11680—76	Приложение 1
ГОСТ 12026—76	Приложение 1
ГОСТ 12423—66	2.4, 2.5
ГОСТ 14198—78	Приложение 1
ГОСТ 14243—78	2.10
ГОСТ 14710—78	Приложение 1
ГОСТ 15130—86	Приложение 1
ГОСТ 18300—87	Приложение 1
ГОСТ 19904—90	Приложение 1
ГОСТ 20288—74	Приложение 1
ГОСТ 21241—89	Приложение 1
ГОСТ 23932—90	Приложение 1
ГОСТ 24104—88	Приложение 1
ТУ 38.401—67—108—92	Приложение 1
ТУ 64—1—2622—75	Приложение 1
ТУ 16—531.409—79	Приложение 1
СН—245—71	7.3