

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПЛЕКСНАЯ СИСТЕМА КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА

**АППАРАТУРА, ПРИБОРЫ, УСТРОЙСТВА
И ОБОРУДОВАНИЕ ВОЕННОГО
НАЗНАЧЕНИЯ**

**МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ НА ВОЗДЕЙСТВИЕ СПЕЦИАЛЬНЫХ
СРЕД**

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по военной стандартизации ТК 319 «Надежность и стойкость ЭРИ и РЭА военного назначения»

ВНЕСЕН Министерством обороны Российской Федерации

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 9 июля 1998 г. № 280

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 На территории Российской Федерации действует взамен ГОСТ В 20.57.309—76 и ГОСТ В 20.57.309—85 ВД

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ, февраль 2001 г.

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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Определения и сокращения	2
4 Общие положения	3
5 Метод ускоренных испытаний	4
6 Метод нормальных испытаний	6
7 Требования безопасности	7
Приложение А Экспериментальное оборудование для проведения ускоренных испытаний аппаратуры на воздействие специальных сред	8
Приложение Б Испытательный режим аппаратуры	9
Приложение В Методы создания специальных сред	10
Приложение Г Методы контроля испытательного режима в камерах	12
Приложение Д Состав и методика приготовления рабочих растворов	19

Комплексная система контроля качества
АППАРАТУРА, ПРИБОРЫ, УСТРОЙСТВА И ОБОРУДОВАНИЕ ВОЕННОГО НАЗНАЧЕНИЯ
Методы испытаний на воздействие специальных сред

Дата введения 1999—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает методы ускоренных и нормальных испытаний аппаратуры, приборов, устройств и оборудования военного назначения (далее в тексте — аппаратура) на соответствие требованиям стойкости (устойчивости, прочности) к воздействию специальных (агрессивных сред, сред заполнения, испытательных сред и рабочих растворов) сред, установленным в ГОСТ РВ 20.39.304, ГОСТ РВ 20.39.306.

Область распространения и сфера действия стандарта установлены в ГОСТ РВ 20.39.301.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ РВ 20.39.301—98

ГОСТ РВ 20.39.304—98 КСОТТ. Аппаратура, приборы, устройства и оборудование военного назначения. Требования стойкости к внешним воздействующим факторам

ГОСТ РВ 20.39.306—98

ГОСТ РВ 20.57.305—98 КСКК. Аппаратура, приборы, устройства и оборудование военного назначения. Методы испытаний на воздействие механических факторов

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 2939—63 Газы. Условия для определения объема

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3652—69 Кислота лимонная моногидратная и безводная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4172—76 Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

- ГОСТ 5632—72 Стали высоколегированные и сплавы коррозионно-стойкие, жаропрочные.
- Марки
- ГОСТ 5821—78 Кислота сульфаниловая. Технические условия
 - ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
 - ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия
 - ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
 - ГОСТ 15150—69 Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды.
 - ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности
 - ГОСТ В 17803—72
 - ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
 - ГОСТ 23932—90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия
 - ГОСТ 24484—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Методы измерения загрязненности
 - ГОСТ 24683—81 Изделия электротехнические. Методы контроля стойкости к воздействию специальных сред
 - ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
 - ГОСТ 27597—88 Изделия электронной техники. Методы оценки коррозионной стойкости

3 ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

3.1 В настоящем стандарте применяют следующие термины:

- стойкость — по ГОСТ РВ 20.39.301;
 - устойчивость — по ГОСТ РВ 20.39.301;
 - прочность — по ГОСТ РВ 20.39.301;
 - специальные среды — среды, внешние по отношению к аппаратуре, которые вызывают или могут вызвать ее разрушение (или ухудшение параметров) (агрессивные среды, испытательные среды, среды заполнения, рабочие растворы, специальные охлаждающие жидкости, масла, смазки, растворители, топлива, рабочие тела);
 - агрессивные среды — среды, обладающие кислотным, основным или окислительным действием и вызывающие разрушение (или ухудшение параметров) материалов и (или) аппаратуры (аммиак, сернистый газ, сероводород, двуокись азота, озон, компоненты ракетного топлива и др.);
 - испытательная среда — газовая среда, воздействующая на аппаратуру или узлы аппаратуры в процессе производства и испытаний;
 - рабочие растворы — растворы органических и (или) неорганических веществ, применяемые для дегазации, дезинфекции, дезактивации и стерилизации вооружения и военной техники (дегазирующий раствор № 1 и № 2-ащ, полидегазирующая рецептура РД-2 и др.);
 - среда заполнения — газовая среда (кроме воздуха), специально применяемая для заполнения замкнутых объемов (герметизированные отсеки, блоки, контейнеры), в которых эксплуатируют аппаратуру или узлы аппаратуры;
 - комплектное устройство — аппаратура в сборе, удовлетворяющая требованиям, установленным в соответствующих стандартах или технических условиях, в конструкцию которой входят встроенные элементы, а также общая оболочка и (или) каркас.
- П р и м е ч а н и е — Термин соответствует понятию «комплектное изделие» по ГОСТ 15150;
- встроенный элемент — по ГОСТ 15150;
 - характеристики испытательного режима — характеристики среды по концентрации специальной среды, относительной влажности, температуре, давлению;
 - нормальные климатические условия испытаний — по ГОСТ РВ 20.39.301.

3.2 В настоящем стандарте применяют следующие сокращения:

ПИ — программа испытаний;

ТУ — технические условия на аппаратуру конкретного типа.

4 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

4.1 Испытания на воздействие специальных сред проводят для проверки способности аппаратуры выполнять свои функции, сохранять параметры и (или) внешний вид в пределах установленных норм в условиях и (или) после воздействия сред, установленных в ГОСТ РВ 20.39.304, ГОСТ РВ 20.39.306.

4.2 Испытания аппаратуры проводят при воздействии одно- и (или) многокомпонентных специальных сред. Если установлено, что только одна из сред вызывает отказы аппаратуры, то испытания проводят лишь в условиях воздействия этой среды.

Испытания электротехнической аппаратуры проводят по ГОСТ 24683.

4.3 Аппаратуру, предназначенную для эксплуатации в парах амила и гептила, подвергают испытаниям только в амиле. Если в аппаратуре имеются резинотехнические и (или) латунные детали, то аппаратуру испытывают также в парах гептила. При этом в парах амила и гептила испытывают разные образцы.

4.4 При предъявлении к одним и тем же видам аппаратуры требований по эксплуатации в различных специальных средах испытания проводят на разных образцах аппаратуры. Если одна и та же аппаратура предназначена для эксплуатации последовательно в различных специальных средах, то допускается проводить испытания последовательно на одних и тех же образцах аппаратуры.

4.5 При разработке и изготовлении серий (рядов) аппаратуры, объединенных общностью конструкции и технологии изготовления, допускается испытывать отдельные типы (типоразмеры, типоминималы, литеры и т. д.) аппаратуры, характеризующие серию (ряд) в отношении воздействия специальных сред.

При объеме производства, определяемом единицами образцов, испытаниям на воздействие специальных сред допускается подвергать аппаратуру, конструкция и технология изготовления которой отличаются от испытанной ранее аналогичной аппаратуры.

4.6 Если масса или габаритные размеры аппаратуры не позволяют проводить испытания в полном комплекте на существующем оборудовании, то испытания проводят в соответствии с требованиями, установленными в ГОСТ РВ 20.39.301.

4.7 Аппаратуру, предназначенную для применения в виде встроенных элементов, допускается подвергать испытаниям отдельно от устройства, в которое она встроена, или же в составе комплектного устройства. При этом комплектные устройства допускается не подвергать испытаниям, если входящие в их состав встроенные элементы удовлетворяют требованиям, предъявляемым к комплектному устройству в части воздействия специальных сред, а конструктивные особенности комплектного устройства таковы, что при соединении его со встроенными элементами не меняются параметры встроенных элементов и устройства.

4.8 Герметизированную аппаратуру, которая в эксплуатации не подлежит разгерметизации, испытывают на воздействие специальных сред не всю, а только наружные детали, включая оболочки, обеспечивающие герметизацию.

4.9 Испытания греющейся аппаратуры к воздействию парообразных специальных сред (кроме сред заполнения и испытательных) проводят без электрической нагрузки, негреющейся — в соответствии с требованиями, указанными в ПИ и ТУ.

Время пребывания аппаратуры под электрической нагрузкой при испытаниях не должно превышать времени их наработки в эксплуатации, установленного в стандартах и ТУ на аппаратуру.

Испытания аппаратуры в жидких средах проводят без электрической нагрузки.

4.10 При разработке программы испытаний конкретных видов аппаратуры должны быть выполнены следующие этапы работ:

- выбор узлов аппаратуры, наиболее подверженных воздействию данной специальной среды,

и определение критериев отказов, характеризующих их стойкость (устойчивость, прочность) к ее воздействию;

- выбор количественных или качественных показателей критериев отказов;
- выбор плана и режимов испытаний, периодичности контроля параметров в процессе испытаний, последовательности и контроля параметров после испытаний.

5 МЕТОД УСКОРЕННЫХ ИСПЫТАНИЙ

5.1 Сущность метода заключается в форсировании процессов воздействия специальных (кроме рабочих растворов) сред на аппаратуру.

Сокращение времени испытаний в однокомпонентной среде достигается повышением концентрации компонента специальной среды, относительной влажности среды и (или) изменением ее температуры.

Сокращение времени испытаний в многокомпонентной среде достигается повышением относительной влажности среды (при значениях концентрации компонентов специальных сред, принятых для процесса эксплуатации) и (или) ее температуры.

5.2 Отбор образцов аппаратуры для испытаний

5.2.1 Отбор образцов аппаратуры для испытаний проводится в соответствии с требованиями, установленными в ГОСТ РВ 20.39.301.

5.3 Испытательное оборудование, материалы, реактивы

5.3.1 Испытательные камеры должны обеспечивать заданные значения концентрации, температуры и относительной влажности специальной среды, а камеры, предназначенные для испытаний аппаратуры в средах заполнения и испытательных средах, кроме того, — и заданное значение давления.

5.3.2 Камеры должны быть изготовлены из материалов, стойких к воздействию соответствующих специальных сред.

5.3.3 Камеры, предназначенные для испытаний аппаратуры в средах заполнения и контрольных, должны выдерживать избыточное давление сред 0,45 МПа (4,5 кгс/см²).

5.3.4 Камера в месте расположения образцов аппаратуры должна обеспечивать поддержание характеристик испытательного режима с отклонениями, не превышающими:

- по температуре — ± 2 °С, допускаются отдельные кратковременные (не более 15 мин за 6 ч испытаний) отклонения до ± 5 °С;
- по относительной влажности — ± 5 %;
- по массовой концентрации агрессивных сред — ± 25 %;
- по объемной доле сред заполнения и испытательных сред — ± 1 %;
- по давлению испытательных сред и сред заполнения $\pm 10^{-2}$ МПа (0,1 кгс/см²).

5.3.5 В камере должны быть:

- устройство для перемешивания газо- и парообразной среды со скоростью от 1 до 2 м/с.
- устройство для ввода газообразных и парообразных агрессивных и специальных сред, которое должно обеспечивать равномерность поступления газа (пара) в камеру и не допускать прямого попадания газа (пара) на аппаратуру;
- устройство для отбора проб среды, измерения ее температуры, удаления и нейтрализации среды после окончания испытаний;
- приспособления для установки и крепления образцов аппаратуры;
- электрические выводы.

5.3.6 Конструкция камеры должна позволять размещать образцы аппаратуры так, чтобы пары специальной среды имели к ним свободный доступ. Контакт образцов аппаратуры между собой и стенками камер не допускается. Расстояние между стенками камеры и аппаратурой, а также между образцами аппаратуры должно быть не менее 10 см.

5.3.7 Погрешность измерения испытательного режима приборами, предназначенными для контроля его характеристик, не должна превышать значений, указанных в 5.3.4.

5.3.8 Для создания в камерах заданной испытательной среды применяют химические реактивы квалификации «ч.» или «ч.д.а.», для контроля — «х.ч.» или «ч.д.а.».

5.3.9 Погрешность измерения параметров образцов аппаратуры приборами, предназначенными для их контроля, не должна превышать значений, указанных в ПИ и ТУ.

5.3.10 Принципы построения испытательного оборудования приведены в приложении А.

5.4 Подготовка к испытаниям

5.4.1 Ускоренные испытания аппаратуры на воздействие агрессивных сред проводят в одном из режимов, характеристики которых (концентрация, относительная влажность и температура среды) приведены в приложении Б. Конкретный режим испытаний указывают в ПИ.

5.4.2 Устройства, приспособления и методы создания специальной среды приведены в приложении В.

5.4.3 Для предварительной отработки испытательного режима в камере создают этот режим без размещения в ней образцов аппаратуры. Этот испытательный режим выдерживают не менее 24 ч и периодически контролируют. Периодичность контроля устанавливают в ПИ. Методы контроля испытательного режима приведены в приложении Г.

Предварительную отработку испытательного режима в камере допускается не проводить перед испытанием новой аппаратуры, если испытания предыдущей проводились в том же режиме, а перерыв в испытаниях не превышает 24 ч.

5.4.4 После отработки испытательного режима из камеры удаляют и нейтрализуют специальную среду и помещают в нее предназначенную для испытаний аппаратуру.

5.4.5 Аппаратуру перед испытаниями выдерживают в нормальных климатических условиях испытаний, установленных в ГОСТ РВ 20.39.301, в течение времени, указанного в ПИ и ТУ, затем устанавливают образцы аппаратуры в испытательную камеру. При этом производят закрепление образцов аппаратуры в камере с учетом 5.3.6 и при необходимости подключение образцов к измерительным приборам.

5.4.6 Камеру с установленными образцами аппаратуры вновь выводят на испытательный режим. Началом испытаний считают момент установления в камере требуемых значений характеристик испытательного режима.

5.5 Проведение испытаний

5.5.1 Испытание проводят в течение времени, установленного исходя из заданных в стандартах и ТУ на аппаратуру сроков ее службы, а также данных, приведенных в приложении Б.

5.5.2 При необходимости в процессе испытаний осуществляют измерение параметров аппаратуры, критичных к воздействию специальных сред. Перечень контролируемых параметров и периодичность их измерения оговаривают в ПИ.

5.5.3 В процессе испытаний аппаратуры периодически контролируют испытательный режим путем анализа проб среды, содержащейся в камере. При этом объемную долю испытательных сред и сред заполнения свыше 15 % в процессе испытаний не контролируют. Периодичность контроля концентрации агрессивных сред, температуру и относительную влажность, а также давление сред в камере (при испытаниях аппаратуры в средах заполнения и испытательных средах) указывают в ПИ.

П р и м е ч а н и е — В процессе испытаний, продолжительность которых более 10 сут, допускаются перерывы в испытаниях без извлечения аппаратуры из камеры. Время перерывов не должно превышать 20 % продолжительности испытаний. Это время исключается из общей продолжительности испытаний.

5.6 Оценка результатов испытаний

5.6.1 После окончания испытаний испытательное оборудование выключают, удаляют из камеры и нейтрализуют специальную среду. Извлекают из камеры аппаратуру и выдерживают ее в нормальных климатических условиях испытаний в течение 1 ч. Затем проводят осмотр внешнего вида аппаратуры и измерение ее параметров, указанных в ПИ.

5.6.2 Состояние электрической изоляции оценивают через 1—1,5 ч после окончания испытаний.

За время, не превышающее 6 ч после окончания испытаний, измеряют другие параметры аппаратуры.

5.6.3 После окончания испытаний в средах заполнения измеряют параметры аппаратуры без извлечения ее из камеры. Допускается измерять параметры аппаратуры после извлечения ее из камеры не позднее чем через 15 мин, если другие условия не оговорены в ПИ и ТУ.

5.6.4 После измерения параметров аппаратуры осуществляют ее разборку и визуальный осмотр внешнего вида узлов и деталей. Анализ коррозионных разрушений узлов и деталей проводят по ГОСТ 27597, если иное не оговорено в ПИ.

5.6.5 Аппаратуру считают выдержавшей испытания, если во время (после) испытаний внешний вид и параметры аппаратуры находятся в пределах допусков, установленных в ПИ и ТУ.

П р и м е ч а н и е — В технически обоснованных случаях оценку соответствия аппаратуры заданным требованиям стойкости (устойчивости, прочности) к воздействию специальных сред проводят после ее испытаний на воздействие механических факторов по ГОСТ РВ 20.57 305. В этом случае осмотр аппаратуры в соответствии с требованиями, указанными в 5.6.4, выполняют после окончания воздействия механических нагрузок.

6 МЕТОД НОРМАЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ

6.1 Методом нормальных испытаний проводят испытания аппаратуры на воздействие испытательных сред и рабочих растворов.

Этим методом также могут проводиться испытания аппаратуры и на воздействие других сред, что должно быть оговорено в ПИ и ТУ.

6.2 Сущность метода заключается в том, что продолжительность испытаний должна соответствовать продолжительности воздействия на аппаратуру специальных сред, а характеристики испытательного режима — их количественным и качественным характеристикам в условиях эксплуатации.

6.3 Испытание аппаратуры на воздействие испытательных сред

6.3.1 Испытательное оборудование должно удовлетворять требованиям, указанным в 5.3.

6.3.2 Отбор образцов для испытаний производят в соответствии с требованиями, указанными в 5.2.

6.3.3 Подготовку к испытаниям проводят в соответствии с требованиями, указанными в 5.4. При этом характеристики испытательного режима для специальных сред должны соответствовать значениям, указанным в приложении Б, если иное не оговорено в ПИ.

6.3.4 Испытания проводят в соответствии с требованиями, указанными в 5.5.

6.3.5 Параметры аппаратуры после испытаний проверяют в соответствии с требованиями 5.6.1, 5.6.2 и 5.6.4.

6.3.6 Оценку результатов испытаний проводят по 5.6.5.

6.4 Испытание аппаратуры на воздействие рабочих растворов — дегазирующих растворов № 1 и № 2-ащ и полидегазирующей рецептуры РД-2

6.4.1 Испытание проводят на открытых хорошо проветриваемых площадках, например, предназначенных для специальной обработки вооружения и военной техники, или в лабораторных условиях (в вытяжных шкафах).

6.4.2 Состав и методика приготовления рабочих растворов приведены в приложении Д.

6.4.3 Испытания аппаратуры на воздействие рабочих растворов проводят циклами, включающими в себя обработку аппаратуры рабочими растворами и выдержку в нормальных климатических условиях испытаний.

6.4.3.1 При проведении испытаний на воздействие дегазирующих растворов № 1 и № 2-ащ в одном цикле аппаратуру обрабатывают раствором № 1 и выдерживают в нормальных климатических условиях испытаний в течение 1 ч, затем обрабатывают раствором № 2-ащ и тоже выдерживают в нормальных климатических условиях испытаний в течение 1 ч. Число циклов — 4.

6.4.3.2 При проведении испытаний аппаратуры на воздействие полидегазирующей рецептуры РД-2 в одном цикле аппаратуру обрабатывают полидегазирующей рецептурой РД-2 и выдержива-

ют в нормальных климатических условиях испытаний в течение 1 ч. Число циклов — 4.

6.4.4 Обработку аппаратуры рабочими растворами проводят путем протирки тампонами, смоченными соответствующими рабочими растворами, или путем орошения (с плотностью 0,5 л/м²). Орошение проводят распылительными устройствами, например, с помощью штатных средств специальной обработки объектов вооружения и военной техники (ТДП, ДК-4, ДКВ, АДДК и др.), пульверизаторов, аэрозольных ингаляторов.

6.4.5 После четырехкратной обработки аппаратуры с ее поверхности удаляют растворы промывкой водопроводной водой или протиркой тампонами, смоченными водой. Затем аппаратуру выдерживают в нормальных климатических условиях испытаний в течение времени, указанного в ПИ.

6.4.6 Проводят осмотр внешнего вида аппаратуры и измерение ее параметров, указанных в ПИ. Выполняют операции в соответствии с 5.6.2 и 5.6.4.

6.4.7 Состояние аппаратуры после испытаний оценивают в соответствии с требованиями, указанными в 5.6.5.

7 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1 Все работы со специальными средами должны проводиться в соответствии с правилами и инструкциями по технике безопасности, утвержденными Министерством здравоохранения Российской Федерации.

7.2 Содержание вредных примесей в рабочей зоне помещений для испытаний не должно превышать норм, установленных в соответствующей технической документации, утвержденной в установленном порядке.

7.3 Эксплуатацию сосудов, работающих под давлением, проводят в соответствии с «Правилами устройств и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденными Ростехнадзором.

7.4 Электробезопасность при испытаниях должна быть обеспечена в соответствии с «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденными Госэнергонадзором.

7.5 Не допускается проводить испытания при концентрациях горючих веществ выше 50 % значения нижнего предела взрываемости по концентрации.

7.6 Не допускается контакт компонентов ракетного топлива — окислителя и горючего.

7.7 Обслуживающий персонал должен быть обеспечен средствами индивидуальной защиты.

7.8 Для защиты органов дыхания при массовой концентрации специальных сред до 10 г/м³ при окружающей температуре до 30 °С применяют фильтрующие противогазы. При концентрациях, превышающих эту величину, применяют изолирующие противогазы.

7.9 Для предохранения кожных покровов от воздействия специальных сред применяют средства защиты, разрешенные к применению правилами и инструкциями, утвержденными Минздравом, Ростехнадзором и Госэнергонадзором Российской Федерации.

7.10 После окончания испытаний специальную среду из камеры удаляют продувкой ее подогретым до 50—70 °С воздухом или азотом до концентрации в отходящих газах, не превышающей предельно допустимых по санитарным нормам значений.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

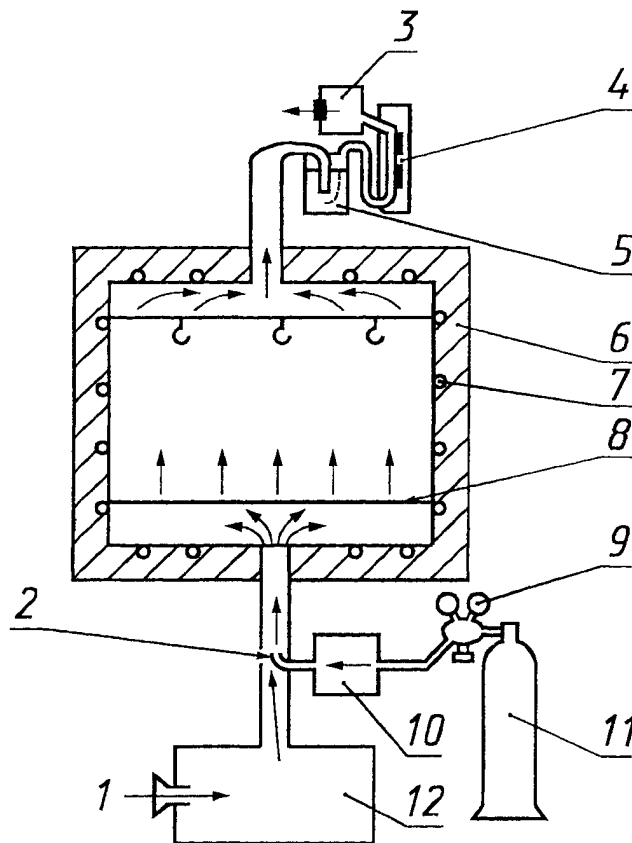
**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ УСКОРЕННЫХ ИСПЫТАНИЙ
АППАРАТУРЫ НА ВОЗДЕЙСТВИЕ СПЕЦИАЛЬНЫХ СРЕД**

А.1 Оборудование по способу обеспечения характеристик испытательного режима по концентрации специальной среды и относительной влажности среды делят на оборудование проточного и статического типа.

А.1.1 Оборудование проточного типа

В оборудовании проточного типа в процессе испытаний аппаратуры происходит непрерывный обмен среды в камере. Создание необходимой концентрации специальной среды и ее увлажнение до необходимого уровня, как правило, производится вне камеры. При этом контроль концентрации и относительной влажности среды осуществляется на входе или при выходе среды из камеры. Упрощенная схема оборудования проточного типа приведена на рисунке А.1.

Принцип работы заключается в следующем. Газообразная (парообразная) специальная среда с помощью инжектора 2 непрерывно смешивается с воздухом, нагретым и увлажненным в кондиционере 12, и подается в испытательную камеру с помощью всасывающего насоса 3. Требуемую концентрацию специальной среды устанавливают с помощью расходомера воздуха 4 и дозирующего насоса 10. Использованная среда очищается в поглотителе 5 и удаляется в атмосферу.



1 — воздухоочиститель; 2 — инжектор специальной среды; 3 — всасывающий насос; 4 — расходомер; 5 — поглотитель; 6 — изоляция; 7 — система нагрева и (или) охлаждения; 8 — рассекающие пластины; 9 — редуктор; 10 — дозирующий насос; 11 — газовый баллон; 12 — кондиционер

Рисунок А.1 — Упрощенная схема
оборудования проточного типа

А.1.2 Оборудование статического типа

В оборудовании статического типа специальная среда в камере в процессе испытаний аппаратуры не меняется. Ее концентрацию и требуемую влажность устанавливают непосредственно в испытательной камере путем подачи в камеру соответствующих порций специальной среды и воды. При этом обязательным является непрерывное перемешивание среды в камере в процессе всего времени испытаний аппаратуры.

А.2 Для испытаний аппаратуры и ее элементов на воздействие специальных сред может быть использована любая отечественная или зарубежная климатическая испытательная камера. Для использования их в этих целях необходимо дополнительно изготовить из нержавеющей стали специальную герметичную емкость, например, в виде куба, размеры которого должны быть меньше внутренних размеров климатической камеры. В процессе испытаний эта герметичная емкость помещается в камеру вместе с испытываемой аппаратурой или ее элементами. Необходимый температурный и влажностный режимы внутри емкости обеспечивают штатным оборудованием климатической камеры, а для обеспечения необходимого режима по концентрации специальной среды камера должна быть дополнительно оснащена дозатором. Кроме того, герметичная емкость должна быть оснащена вентилятором для перемешивания среды внутри емкости, соответствующими штуцерами и герметичными разъемами. После такой доработки обычная климатическая испытательная камера превращается в камеру статического типа, пригодную для испытаний аппаратуры на воздействие газообразных (парообразных) специальных сред.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

ИСПЫТАТЕЛЬНЫЙ РЕЖИМ АППАРАТУРЫ

Т а б л и ц а Б.1 — Характеристики испытательного режима при ускоренных испытаниях аппаратуры на воздействие агрессивных сред

Наименование среды	Концентрация, мг/м ³	Температура, °С	Относительная влажность, %	Продолжительность испытаний, сут
Сернистый газ	75	25	75	12
Сероводород	20	25	75	21
Аммиак	1000	25	90	10
Двуокись азота	100	50	95	10
Озон	250	15—35	40—80	2 ч
Амил или гептил ¹⁾	1000	50	95	13
Амил или гептил ²⁾	50	50	65	34
	150	30	65	44

¹⁾ Аппаратуру испытывают в указанном режиме, если относительная влажность в условиях эксплуатации составляет 60 % и более.

²⁾ Испытания проводят в одном из указанных режимов, если относительная влажность в условиях эксплуатации не превышает 60 %

П р и м е ч а н и е — Продолжительность испытаний в средах (кроме озона) соответствует 10 годам эксплуатации и хранения аппаратуры. Если сроки эксплуатации и хранения аппаратуры другие, то продолжительность испытаний должна быть изменена пропорционально этим срокам

Т а б л и ц а Б.2 — Характеристики испытательного режима при нормальных испытаниях аппаратуры в испытательных средах

Объемная доля среды, %		Температура, °С	Относительная влажность, %	Давление, МПа (кгс/см ²)	Продолжительность испытаний, ч
гелий, азот (воздух)	аргон, азот (воздух)				
90—10	—	20±5	Не нормируют	0,2 (2,0)	24
—	90—10	20±5	То же	0,3 (3,0)	300

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

МЕТОДЫ СОЗДАНИЯ СПЕЦИАЛЬНЫХ СРЕД

В.1 Методы создания агрессивных сред

В.1.1 Для создания агрессивных сред используют сернистый газ, сероводород и аммиак, поставляемые в баллонах.

Эти же газы могут быть получены химическим путем:

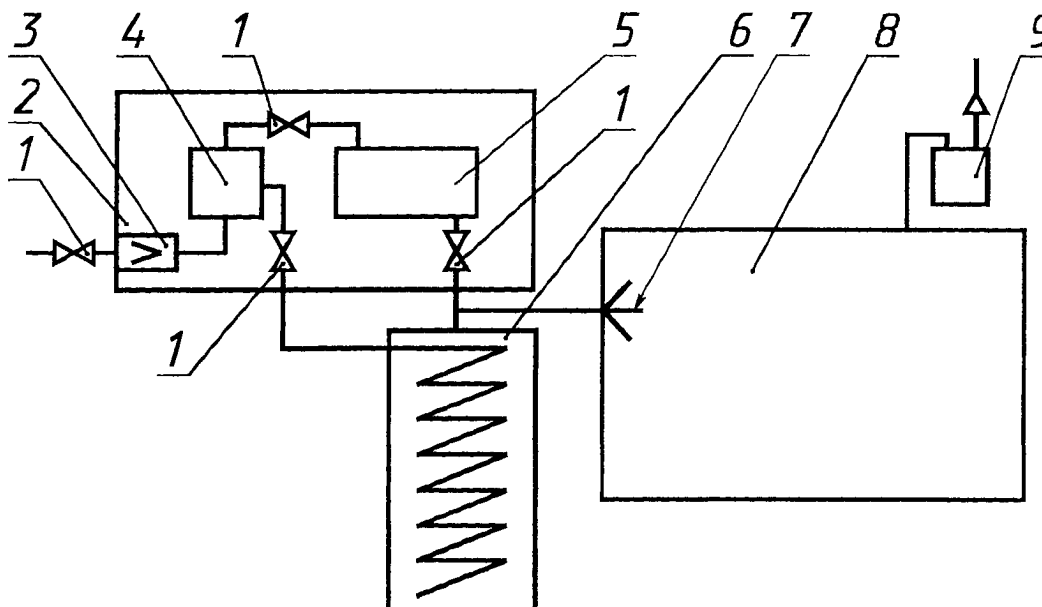
- сернистый газ — растворением меди при нагревании в 80—90 %-ной серной кислоте;
- сероводород — растворением сульфида железа в 10—20 %-ной соляной кислоте. Реакцию проводят в аппарате Киппа. Образующийся газ очищают от паров и капель соляной кислоты пропусканием через поглотитель с дистиллированной водой;
- аммиак — нагреванием смеси едкого натра и хлорида аммония в соотношении 3:1.

Двуокись азота также может быть получена химическим путем при растворении меди в концентрированной азотной кислоте.

Указанные газы могут храниться в газометрах или емкостях, изготовленных из полиэтилена, полиэтилентерефталата и других полимерных материалов, стойких и непроницаемых для них.

В.1.2 Метод создания среды, содержащей пары амила и гептила

В.1.2.1 Устройство для создания массовой концентрации среды от 1,0 до 2000 мг/м³ собирается по схеме, приведенной на рисунке В.1. Камера испарителя 2 является источником насыщенных паров амила или гептила, а также раздаточным узлом сжатого воздуха. Внутри камеры испарителя устанавливают емкость испарителя 5 для наполнения амилем или гептилом и ресивер 4 для смешивания потоков воздуха, снабжаемые необходимой регулировкой, запорной и предохранительной арматурой. Испаритель нагревают электролампами, а охлаждают при расширении воздуха в редукторе 3. Температуру в испарителе поддерживают при помощи выносного электронного потенциометра. Все детали испарителя изготавливают из стали марки Х18Н10Т по ГОСТ 5632.



1 — вентиль двухходовый; 2 — камера испарителя; 3 — редуктор; 4 — ресивер;
5 — емкость испарителя; 6 — увлажнитель воздуха; 7 — форсунка; 8 — испытательная камера; 9 — электровентиль

Рисунок В.1 — Принципиальная схема устройства для создания среды, содержащей амил или гептил

Увлажнитель *б* представляет собой термоизолированную камеру (заполняемую конденсатом или дистиллятом), снабженную необходимой запорной и предохранительной арматурой и контролирующей аппаратурой. Все детали увлажнителя также изготавливают из стали марки Х18Н10Т.

В.1.2.2 Порядок работы системы

В.1.2.2.1 Емкость испарителя с помощью вентиля *1* заполняют на $\frac{3}{4}$ объема амилом или гептилом, затем заливают дистиллятом (конденсатом) емкость увлажнителя *б*.

Выводят на требуемый температурный режим испытательную камеру, увлажнитель и испаритель. Температуру увлажнителя выбирают в соответствии с приложением Б. Температуру испарителя устанавливают 20 °С для амила и 60 °С для гептила.

В.1.2.2.2 После установления в испарителе и увлажнителе необходимой температуры в ресивер *4* подают сжатый воздух давлением до 0,2 МПа (2 кгс/см²). Из ресивера воздух поступает в испаритель и увлажнитель. При прохождении через змеевик увлажнителя *б* воздух подогревается до температуры воды, увлажняется до величины, близкой к насыщению, выходит из распределителя змеевика раздробленным на мелкие струи (50 отверстий диаметром 10⁻³ м) и подается в форсунку *7* испытательной камеры *8*.

Одновременно в форсунку подают из испарителя насыщенные пары амила или гептила потоком воздуха из ресивера и перемешивают в испытательной камере с помощью электровентилятора *9*.

В.1.2.2.3 Для создания среды допускается пользоваться и другими методами, обеспечивающими поддержание необходимого режима и соблюдение требований, установленных в настоящем стандарте. Например, для создания среды, содержащей амил или гептил с массовой концентрацией от 1 до 1000 мг/м³, могут быть использованы диффузионные натекатели постоянной или переменной мощности.

В.2 Метод создания испытательных сред, сред заполнения, содержащих гелий, аргон, азот, смеси гелий — азот (или воздух), аргон — азот (или воздух)

В.2.1 Аппаратура, материалы

Насос вакуумный.

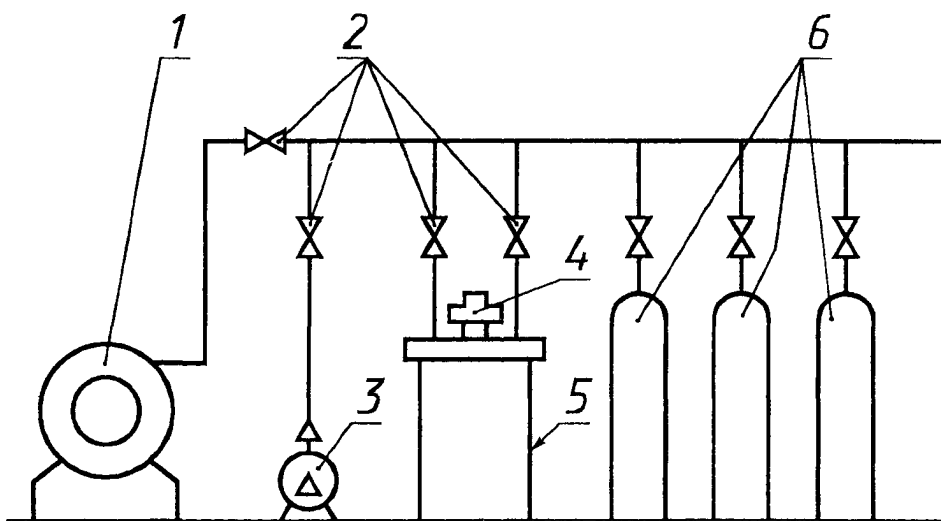
Сжатый воздух по ГОСТ 17433 и ГОСТ 24484*.

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Гелий газообразный — по технической документации, утвержденной в установленном порядке.

В.2.2 Схему генератора специальной среды собирают в соответствии с рисунком В.2.



1 — камера для испытаний; 2 — запорно-регулирующая арматура;
3 — вакуумный насос; 4 — индикатор давления; 5 — промежуточная емкость; 6 — сжатый компонент специальной среды

Рисунок В.2 — Схема генератора специальной среды

* Сжатый воздух, применяемый для получения газозвушных смесей, дополнительно очищают от углекислого газа в фильтрах, наполненных натрнной известью или аскаритом

Промежуточная емкость представляет собой герметизированный сосуд, изготовленный из стали марки X18H10T, снабженный регистрирующей аппаратурой, запорной и предохранительной арматурой.

В.2.3 Промежуточную емкость 5 при помощи вакуумного насоса 3 вакуумируют до остаточного давления 10^{-3} МПа (10^{-2} кгс/см²), затем промежуточную емкость и вакуумный насос 3 от системы отключают.

В.2.4 При помощи запорно-регулирующей арматуры промежуточную емкость наполняют соответствующим газом из емкости 6. Давление смеси P выбирают с учетом давления испытаний и соотношения емкостей камеры для испытаний 1 и промежуточной емкости, а также требуемой объемной доли компонента специальной среды и вычисляют по формуле

$$P = r_1 P_1 + \dots + r_n P_n, \quad (\text{В.1})$$

где P — давление смеси в промежуточной емкости, МПа;

r_n — требуемая объемная доля компонента специальной среды;

P_n — давление в емкостях со специальной средой, МПа.

П р и м е ч а н и я

1 Фиксировать давление следует лишь после температурной стабилизации системы или ее части.

2 Смесь в промежуточной емкости необходимо перемешивать.

3 Необходимо, чтобы вся система для создания специальной среды удовлетворяла требованиям, предъявляемым к вакуумным системам.

В.2.5 Подготовленную смесь впускают в испытательную камеру. Для сред гелия, аргона и их смесей с воздухом устанавливают требуемое давление в соответствии с ТУ или ПИ.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г (справочное)

МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ИСПЫТАТЕЛЬНОГО РЕЖИМА В КАМЕРАХ

Г.1 Методы контроля относительной влажности и температуры среды

Контроль относительной влажности и температуры среды в камерах осуществляется методами, используемыми в испытательном оборудовании, и проводится штатными приборами этого оборудования.

Г.2 Методы контроля концентрации агрессивных сред

Измерение концентрации агрессивных сред, содержащихся в испытательных камерах, может осуществляться с помощью газоанализаторов и другими методами, например, приведенными ниже.

Г.2.1 Фотокolorиметрический метод определения концентрации аммиака

Метод основан на образовании окрашенного в желто-бурый цвет соединения (иодида димеркураммония) при взаимодействии аммиака с реактивом Несслера.

Г.2.1.1 Реактивы, растворы и посуда

Реактив Несслера по ГОСТ 4517.

Хлорид аммония по ГОСТ 3773, х.ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., 0,01 н. раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, не содержащая ионов аммония. Воду получают следующим образом: к 1 л дистиллированной воды прибавляют 5 мл 10 %-ной серной кислоты и снова перегоняют. Первые 100—200 мл отбрасывают, после чего собирают воду, предварительно проверив ее реактивом Несслера на содержание ионов аммония.

Приборы поглотительные.

Пробирки colorиметрические плоскодонные по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336 из бесцветного стекла, высотой 120 мм, внутренним диаметром 15 мм.

Пипетки по НД емкостью 1, 2, 5, 10 мл.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 емкостью 250 и 100 мл.

Г.2.1.2 Подготовка к анализу

Основной стандартный раствор хлорида аммония № 1, 1 мл которого соответствует 1 мг аммиака, получают в мерной колбе путем растворения 0,7868 г хлорида аммония в 250 мл воды. Из него готовят два раствора:

- стандартный раствор № 2, содержащий аммиак с концентрацией 0,1 г/м³: 10 мл основного стандартного раствора № 1 разбавляют в мерной колбе водой до объема 100 мл;

- стандартный раствор № 3, содержащий аммиак с концентрацией 0,01 г/м³: 1 мл основного стандартного раствора № 1 разбавляют в мерной колбе водой до объема 100 мл.

Приготавливают шкалу стандартных растворов: в несколько пробирок вводят пипеткой стандартные растворы № 2 и 3, затем серную кислоту с концентрацией 0,01 н. в количествах, указанных в таблице Г.1.

Растворы в пробирках тщательно перемешивают.

Т а б л и ц а Г.1 — Приготовление шкалы стандартных растворов

Номер пробирки	Раствор № 3, мл	Раствор № 2, мл	Серная кислота 0,01 н. раствор, мл	Содержание аммиака, мг
1	—	—	5,00	—
2	0,20	—	4,80	0,002
3	0,40	—	4,60	0,004
4	0,60	—	4,40	0,006
5	0,80	—	4,20	0,008
6	—	0,10	4,90	0,010
7	—	0,30	4,70	0,030
8	—	0,50	4,50	0,050

Г.2.1.3 Отбор проб

Аммиачно-воздушную смесь прокачивают со скоростью до 1 л/мин через два последовательно соединенных поглотительных прибора, содержащих по 10 мл серной кислоты с концентрацией 0,01 н., при этом необходимо отобрать не менее 0,1 л смеси.

Г.2.1.4 Определение концентрации аммиака

В колориметрические пробирки переводят от 1 до 3 мл раствора из каждого поглотителя.

Объемы доводят поглотительным раствором до 5 мл.

Прибавляют по 0,5 мл реактива Несслера во все пробирки с эталонным раствором и в пробирки с пробой.

Содержимое пробирки встряхивают и через 5 мин сравнивают интенсивность окраски проб со стандартной шкалой (см. таблицу Г.1).

Г.2.1.5 Обработка результатов

Концентрацию аммиака X в г/м³ вычисляют по формуле

$$X = (GV_1)/(VV_0), \quad (\text{Г.1})$$

где G — количество аммиака в колориметрической пробе, г;

V_1 — объем пробы в поглотителе, мл;

V — объем раствора пробы, взятый для анализа из поглотителя, мл;

V_0 — объем пробы аммиачно-воздушной смеси, приведенный к нормальным условиям по ГОСТ 2939, м³.

Концентрацию аммиака получают сложением результатов определений двух поглотителей.

Г.2.2 Кондуктометрический метод определения концентрации аммиака

Метод основан на регистрации электропроводности раствора серной кислоты при пропускании через него газовой смеси, содержащей аммиак.

Г.2.2.1 Реактивы

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., 0,01 н. раствор.

Аммиак, х.ч., 10 %-ный раствор.

Реактив Несслера, ч.д.а.

Хлорид аммония, х.ч.

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709, не содержащая ионов аммония (см. Г.2.1.1).

Г.2.2.2 Приборы и оборудование

Колориметр-нефелометр концентрационный.

Измеритель RCL универсальный.

Ультратермостат.

Кондуктометрическая ячейка объемом 15 мл, изготавливаемая из стандартной стеклянной промывалки путем вваривания в ее боковые стенки двух электродов из нержавеющей стали размером 30×7×2 мм³.

Медицинский шприц объемом 10 мл.

Пипетки по НД емкостью 1 и 10 мл.

Мерные колбы емкостью 100 и 250 мл.

Г.2.2.3 Для калибровки колориметра-нефелометра в 250 мл дистиллированной воды растворяют 0,7868 г хлорида аммония. Затем 1 мл этого раствора разбавляют серной кислотой до 100 мл (раствор № 1). В этом случае 1 мл раствора № 1 будет содержать 31,5 мкг хлорида аммония, что эквивалентно содержанию в нем 10 мкг аммиака.

Г.2.2.4 Готовят шкалу стандартных растворов путем смешивания раствора № 1, 0,01 н. серной кислоты и реактива Несслера в объемах, указанных в таблице Г.2.

Т а б л и ц а Г.2 — Приготовление шкалы стандартных растворов

Номер пробирки	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Раствор № 1, мл	0	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0
Серная кислота, мл	5,0	4,5	4,0	3,5	3,0	2,5	2,0	1,5	1,0	0,5	0
Реактив Несслера, мл	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0

Г.2.2.5 С помощью колориметра-нефелометра измеряют оптическую плотность раствора в каждой пробирке, начиная со второй. При этом используется светофильтр № 4 и кюветы с толщиной слоя 10 мм. Раствор в первой пробирке является контрольным. По полученным результатам строят зависимость оптической плотности D раствора в пробирке

$$D = am + b, \quad (\text{Г.2})$$

где m — содержание аммиака, определяемое умножением на 10 мкг/мл объема раствора № 1 в пробирке, a и b — постоянные коэффициенты, с помощью которых проводят калибровку кондуктометрической ячейки.

Г.2.2.6 В 100 мл серной кислоты вносят 1—2 капли раствора аммиака (раствор № 2). Смешивают 0,1 мл раствора № 2 с 4,9 мл серной кислоты и 1 мл реактива Несслера. Как и в Г.2.2.5, измеряют оптическую плотность D смешанного раствора. С помощью зависимости (Г.2) по полученному значению D определяют количество аммиака m , содержащегося в 0,1 мл раствора № 2, и находят его концентрацию C в мкг/мл из следующего выражения:

$$C = m/0,1. \quad (\text{Г.3})$$

Г.2.2.7 Путем разбавления раствора № 2 серной кислотой в пропорции, определяемой найденным значением C , готовят растворы объемом 15 мл, содержащие 0; 25; 50; 75; 100; 125 и 150 мкг/мл аммиака.

Г.2.2.8 Приготовленные растворы термостатируют в течение 30 мин в ультратермостате при температуре 21,5 °С. Пипеткой отмеривают 10 мл каждого из них и поочередно заливают в термостатированную при 21,5 °С кондуктометрическую ячейку. С помощью измерителя LCR на частоте 1 кГц измеряют электрические сопротивления растворов R и рассчитывают величину их электропроводности $q = 1/R$.

Г.2.2.9 На основании этих данных методом наименьших квадратов находят коэффициент A линейной функции $q = AC_p + B$

$$A = (q - B)/C_p, \quad (\text{Г.4})$$

где C_p — концентрация аммиака в стандартных растворах;

B — постоянный коэффициент.

Постоянную A используют при расчете концентрации аммиака, содержащегося в испытательной камере. Для этого в термостатированную при 21,5 °С кондуктометрическую ячейку вливают 10 мл 0,01 н. раствора серной кислоты, термостатированного при температуре 21,5 °С. Раствор тщательно перемешивают путем прокачивания 30 мл воздуха через ячейку со скоростью не более 1 мл/с (например, с помощью медицинского шприца).

Г.2.2.10 Измеряют электропроводность раствора q_1 в Ом⁻¹ измерителем RLC на частоте 1 кГц.

Г.2.2.11 Из камеры с помощью сухого шприца отбирают 10 мл анализируемой смеси и со скоростью не более 1 мл/с пропускают через раствор серной кислоты, находящийся в кондуктометрической ячейке. Далее раствор перемешивают прокачиванием через него 30 мл воздуха со скоростью не более 1 мл/с и через 1 мин измеряют его электропроводность q_2 в Ом⁻¹.

Г.2.2.12 Концентрацию аммиака C_n в мг/м³ в испытательной камере вычисляют по формуле

$$C_n = (q_2 - q_1)/A. \quad (\text{Г.5})$$

Г.2.3 *Метод определения концентрации сернистого газа и сероводорода*

Г.2.3.1 Метод основан на взаимодействии сернистого газа и сероводорода с йодом.

Г.2.3.2 С помощью шприца из камеры отбирают пробу газовой смеси объемом 50—100 мл и медленно (около 1 мин) пропускают через поглотительный раствор, содержащий 5 мл 4 · 10⁻⁵ н. раствора йода.

Затем этот раствор оттитровывают свежеприготовленным 10^{-5} н. раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

Г.2.3.3 Концентрацию $C_{с.г}$ сернистого газа или сероводорода в мг/м^3 рассчитывают по формуле

$$C_{с.г} = (V_1 C_1 - V_2 C_2) K \cdot 10^6 / V_{пр}, \quad (\text{Г.6})$$

где V_1 — объем налитого в поглотитель раствора йода, мл;
 C_1 — нормальность раствора йода, г-экв/л;
 V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, использованного на титрование, мл,
 C_2 — нормальность раствора тиосульфата натрия, г-экв/л;
 K — эквивалентная масса (для сернистого газа $K = 32$, для сероводорода $K = 17$);
 $V_{пр}$ — объем анализируемой среды, приведенный к нормальным условиям, мл.

Г.2.4 Метод определения концентрации двуокиси азота

Г.2.4.1 В основе измерения концентрации двуокиси азота лежит титрование азотной кислоты, образующейся при взаимодействии двуокиси азота с перекисью водорода, раствором едкого натра в присутствии кислотно-основного индикатора.

Г.2.4.2 Р е а к т и в ы

Натр едкий по НД, 0,1 н. раствор.

Перекись водорода, 3%-ный раствор.

Индикатор — насыщенный раствор метилового красного в 60 %-ном этиловом спирте.

Г.2.4.3 П р и б о р ы и о б о р у д о в а н и е

Делительная воронка емкостью 300—500 мл.

Вакуумный кран (двухходовой).

Бюретка для титрования.

Вакуумный водоструйный насос.

Мерный цилиндр емкостью 50 мл.

Коническая колба емкостью 150—200 мл.

Г.2.4.4 Раствор перекиси водорода разбавляют равным объемом дистиллированной воды и после перемешивания оттитровывают раствором едкого натра в присутствии индикатора до изменения окраски раствора с красного цвета на желтый.

Г.2.4.5 Вакуумный кран присоединяют с помощью резиновой трубки к вакуумному насосу и с помощью кремнийорганического шланга к делительной воронке.

Г.2.4.6 Закрывают кран делительной воронки и из нее извлекают пробку. В делительную воронку наливают 20—30 мл поглотительного раствора и ее закрывают пробкой. Далее открывают краны и делительную воронку вакуумируют с помощью вакуумного насоса в течение 3—5 мин. После этого вакуумный кран закрывают.

Г.2.4.7 Из испытательной камеры с помощью сухого шприца отбирают 10—100 мл анализируемой газовой смеси и вводят в делительную воронку путем прокалывания кремнийорганического шланга, соединяющего делительную воронку с вакуумным краном.

Г.2.4.8 В течение 5 мин содержимое делительной воронки энергично взбалтывают и полученный раствор выливают в коническую колбу. Делительную воронку дважды, по 20 мл, промывают дистиллированной водой, которую после этого сливают в ту же коническую колбу. К полученному в колбе раствору добавляют 5—6 капель индикатора и титруют его едким натром до изменения окраски раствора с красного цвета на желтый. Определяют объем раствора едкого натра V в мл, израсходованный на титрование.

Концентрацию двуокиси азота $C_{дв.а}$ в мг/м^3 вычисляют по формуле

$$C_{дв.а} = 46 \cdot 10^2 V / V_n, \quad (\text{Г.7})$$

где V_n — объем пробы анализируемой газовой смеси, мл.

Г.3 Методы контроля концентрации специальных сред

Г.3.1 Фотоколориметрический метод определения концентрации гептила в воздухе

Метод основан на образовании окрашенных в розовый цвет комплексных соединений гептила с пентацианоаминиферратом натрия (ПЦАФ-Na) в среде цитратно-фосфатного буферного раствора.

Г.3.1.1 П р и б о р ы , п о с у д а и р е а к т и в ы

Фотоэлектроколориметр или нефелометр, или колориметр-нефелометр концентрационный.

рН-метр.

Весы аналитические.

Аспиратор для отбора проб воздуха.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100 мл, 1 л.

Пипетки по НД.

Пробирки по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336.

Фильтр стеклянный ФКП-50, ПОР-16 по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336.

Колба для титрования под вакуумом.

Поглотители с фильтром ФКП-30, ПОР-40 по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336.

Цилиндры по ГОСТ 1770 вместимостью 100 мл.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652.

Натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 4172.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 25 %-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Натрий нитропруссидный по технической документации, утвержденной в установленном порядке.

Гептил по ГОСТ В 17803.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Г.3.1.2 Подготовка к анализу

Г.3.1.2.1 Приготовление 0,5 %-ного раствора пентацианоаминоферрата натрия (ПЦАФ-Na)

Навеску нитропруссиды натрия массой 10—20 г измельчают в ступке, помещают в химический стакан и заливают 30—60 мл раствора аммиака. Смесь ставят в холодильник на 6—8 ч или в лед на 24 ч. Затем к смеси добавляют 40—80 мл спирта и образовавшийся лимонно-желтый осадок отфильтровывают на стеклянном фильтре и промывают его спиртом до исчезновения запаха аммиака.

Промытый осадок переносят в темную склянку с притертой пробкой и заливают спиртом. Затем из этого реактива, в день проведения анализа, готовят 5 %-ный водный раствор ПЦАФ-Na. Для этого небольшое количество осадка отжимают досуха между листами фильтровальной бумаги. Навеску 0,55 г высушенного таким образом осадка растворяют в 100 мл воды. Срок годности раствора — 24 ч.

Г.3.1.2.2 Приготовление поглотительного раствора

29,2 г натрия фосфорнокислого двузамещенного и 10,2 г лимонной кислоты растворяют в 1 л воды, измеряют рН раствора. Значение рН должно быть $5,4 \pm 0,1$.

Для анализа применяют свежеприготовленный раствор, срок годности которого 24 ч.

Г.3.1.2.3 Приготовление стандартного раствора гептила

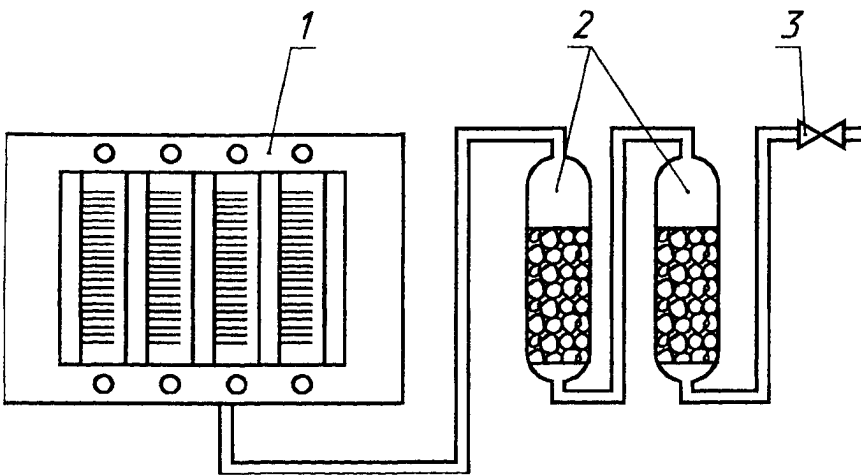
В мерную колбу вместимостью 100 мл наливают 15—20 мл воды, колбу взвешивают на аналитических весах, затем в нее вводят пипеткой 0,25 мл гептила и вновь взвешивают с точностью $\pm 0,0002$ г, объем раствора в колбе доводят до метки и тщательно перемешивают (раствор А). В 1 мл раствора А содержится 0,002 г гептила. 1 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем в колбе до метки поглотительным раствором (раствор Б). В 1 мл раствора Б содержится 0,02 мг гептила. 10 мл раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем в колбе до метки поглотительным раствором. Получают раствор с концентрацией гептила 0,002 мг/л (раствор В), которым пользуются для построения калибровочного графика. Все растворы для построения калибровочного графика должны быть свежеприготовленными.

Г.3.1.2.4 Построение калибровочного графика

В несколько пробирок вводят пипеткой 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мл стандартного раствора гептила, затем 5,0; 4,5; 4,0; 3,0; 2,0; 1,0 мл поглотительного раствора и по 0,5 мл раствора ПЦАФ-Na, растворы тщательно перемешивают и оставляют в темном месте. Через 40 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при длине волны 490 нм (светофильтр № 5) в кюветках с толщиной рабочего слоя 10 мм на фоне растворов контрольного опыта. На основании полученных данных строят график зависимости оптической плотности от содержания гептила в колориметрируемом растворе (пробе).

Г.3.1.3 Отбор проб воздуха

Для отбора проб воздуха, содержащего пары гептила, собирают систему, схема которой приведена на рисунке Г.1.



1 — аспиратор (или насос водоструйный); 2 — поглотители с фильтром; 3 — вентиль двухходовой

Рисунок Г.1 — Схема устройства для отбора пробы гептила в поглотителе

Таблица Г.3 — Объем отбираемого воздуха при различных значениях ожидаемой концентрации гептила

Ожидаемая массовая концентрация в воздухе, мг/л	Объем отбираемого воздуха, гептила, л
От 0,0001 до 0,0005 включ.	Не менее 25
Св. 0,005 » 0,001 »	» 10
» 0,001 » 0,005 »	» 5
» 0,005 » 0,05 »	» 2
» 0,05 » 0,1 »	» 1
» 0,1 » 1,0 »	» 0,1

Через два последовательно соединенных поглотителя, содержащие по 5 мл поглотительного раствора, при помощи аспиратора пропускают анализируемый воздух со скоростью 1 л/мин. Замеряют температуру воздуха и атмосферное давление.

Объем воздуха, пропускаемого через поглотители, определяют в зависимости от ожидаемой в нем концентрации паров гептила по таблице Г.3.

П р и м е ч а н и е — Расстояние от емкости с анализируемым воздухом до поглотителей должно быть минимальным и не превышать 1 м.

Г.3.1.4 Определение концентрации гептила

В колориметрические пробирки переводят 0,5—5 мл раствора из каждого поглотителя (в зависимости от концентрации гептила в воздухе), объемы доводят поглотительным раствором до 5 мл, прибавляют по 0,5 мл раствора ПЦАФ-На и оставляют в темном месте на 40 мин, затем измеряют оптическую плотность раствора точно так же, как при построении калибровочного графика.

Содержание гептила в колориметрируемой пробе определяют по калибровочному графику.

Г.3.1.5 Обработка результатов

Концентрацию гептила C_1 в мг/м³ в воздухе вычисляют по формуле

$$C_1 = (aV_1)/(VV_0), \quad (\text{Г.8})$$

где a — количество гептила в колориметрической пробе, мг,

V_1 — объем пробы в поглотителе, мл;

V — объем раствора пробы, взятой для анализа из поглотителя, мл,

V_0 — объем пробы воздуха по ГОСТ 2939, м³

Концентрацию гептила в воздухе получают сложением результатов определений двух поглотителей.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 20 %.

Г.3.2 Определение концентрации амила в воздухе

Г.3.2.1 Реактивы, растворы, посуда

Кислота сульфаниловая безводная по ГОСТ 5821, х.ч.

α -нафтиламин по НД.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х.ч.

Натр едкий по ГОСТ 4328, 0,1 н. и 0,05 н. растворы.

Метиловый красный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., 0,1 н. раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Прибор для отбора проб.

Поглотители с пористой пластинкой по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336 класса ПОР-16, ПОР-400 диаметром не более 30 мм.

Пробирки колориметрические диаметром 14 мм, высотой 80 мм.

Ампулы стеклянные диаметром 14 мм, высотой 80 мм.

Штатив с матовым стеклом.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 емкостью 1 и 0,1 л.

Пипетки по НД.

Г.3.2.2 Приготовление растворов и имитирующей шкалы

Г.3.2.2.1 Раствор сульфаниловой кислоты

Готовят растворением 0,5 г сульфаниловой кислоты в 150 мл 10 %-ной уксусной кислоты. Раствор хранят в темной склянке.

Г.3.2.2.2 Раствор α -нафтиламина

Навеску α -нафтиламина (0,1 г) и 20 мл воды кипятят 2—3 мин, охлаждают. Отфильтровывают нерастворившийся фиолетовый осадок. Бесцветный раствор доводят до 150 мл 10 %-ным раствором уксусной кислоты. Раствор хранят в темной склянке до побурения.

Г.3.2.2.3 Раствор Грисса — Илосвая

Готовят перед началом анализа смешиванием равных объемов растворов сульфаниловой кислоты и α -нафтиламина.

Г.3.2.2.4 Раствор метилового красного

0,0100 г метилового красного растворяют в 1 л 0,1 н. раствора едкого натра.

Г.3.2.2.5 Имитирующая шкала

В ампулы вводят 0,15; 0,30; 0,55; 0,75; 1,00; 1,50; 2,0 мл раствора метилового красного и объем доводят до 6 мл 0,1 н. раствором соляной кислоты. Ампулы запаивают.

Параллельно воспроизводят такую же шкалу из раствора метилового красного, приготовляемого из второй навески. Шкала может быть применена для анализа при условии одинаковой окраски шкал, приготовленных из разных растворов метилового красного.

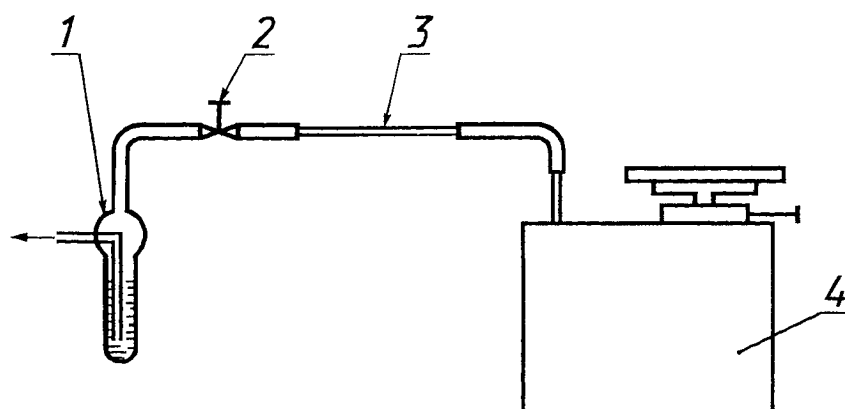
Соотношение между точками имитирующей шкалы (количеством метилового красного и содержанием амила в колориметрируемой пробе) приведено в таблице Г.4.

Т а б л и ц а Г.4 — Соотношение между точками имитирующей шкалы

Количество метилового красного, мл	Содержание амила, мг	Количество метилового красного, мл	Содержание амила, мг
0,15	0,0005	1,00	0,0040
0,30	0,0010	1,50	0,0060
0,55	0,0020	2,00	0,0080
0,75	0,0030		

Г.3.2.3 Отбор проб

Для отбора проб собирают систему, схема которой приведена на рисунке Г.2.



1 — поглотитель с 0,05 н. раствором едкого натра; 2 — кран двухходовой; 3 — капилляр, обеспечивающий скорость отбора пробы 0,2 л/мин; 4 — прибор для отбора пробы УГ-2

Рисунок Г.2 — Схема устройства для отбора проб амила

Отсоединяют поглотитель; шток, соответствующий объему отбираемой пробы 400 мл, вставляют в гнездо прибора для отбора проб, вдавливают до упора и закрепляют в этом положении зажимным винтом; подсоединяют поглотитель, содержащий 10 мл 0,05 н. раствора едкого натра, и подключают к месту отбора проб. Отпускают шток. После прекращения проскакивания пузырьков через поглотительный раствор поглотитель отсоединяют.

Г.3.2.4 Определение концентрации амила

Из поглотителя отбирают 0,2—0,4 мл раствора в колориметрическую пробирку и разбавляют его раствором 0,05 н. едкого натра до 5 мл. Затем к пробе приливают 1 мл реактива Грисса—Илосвая и взбалтывают. Через

15 мин полученную окраску сравнивают с окраской имитирующей шкалы.

Г.3.2.5 Обработка результатов

Концентрацию амила C_2 в г/м³ вычисляют по формуле

$$C_2 = (2aV)/(V_1V_0), \quad (\text{Г.9})$$

где a — количество амила, найденное при колориметрировании, г;

V — объем пробы, взятый для анализа, м³;

V_1 — объем пробы в поглотителе, м³;

V_0 — объем отобранной пробы, приведенный к условиям по ГОСТ 2939, м³.

При получении окрасок интенсивнее, чем окраска последней ампулы имитирующей шкалы, раствор разбавляют в 10 раз 0,05 н. раствором едкого натра. В этом случае в числитель формулы (Г.9) вводят множитель 10.

Г.3.3 Определение концентрации компонента газообразной специальной среды методом интерференционного анализа

Г.3.3.1 Общие положения

Определение концентрации специальной среды производят на интерферометре.

Метод применяют для анализа двухкомпонентных сред, для многокомпонентных — при постоянстве всех компонентов, кроме одного.

При концентрации компонента специальной среды выше 20 % для уменьшения погрешности определения пробу компонента разбавляют газом, взятым для сравнения.

Правую камеру кюветы заполняют веществом с большим показателем преломления, левую — с меньшим.

Процесс измерения на интерферометре состоит в совмещении верхней и нижней частей интерференционной картины и снятия отсчета по шкале. Совмещение производят в соответствии с инструкцией на применяемую модель интерферометра.

Г.3.3.2 Градуировка интерферометра и выбор кюветы

Градуировку интерферометра и выбор кюветы производят способом, указанным в технической документации на применяемую модель прибора.

Г.3.3.3 Определение концентрации компонента газообразной специальной среды

Продувают обе кюветы сухим воздухом, не содержащим углекислого газа. Заполняют одну из кювет исследуемым газом. Газ в кювету нагнетают под давлением или затягивают вакуумным насосом. Отсоединяют кювету от системы. Совмещают верхнюю и нижнюю части интерференционной картины. Снимают отсчет по шкале. Рассчитывают массовую долю среды Δ_m в процентах по формуле

$$\Delta_m = 546100Fh/[L(K_2 - K_1)], \quad (\text{Г.10})$$

где F — коэффициент, определяемый по формуле

$$F = 760 (1+t/273)/P_0; \quad (\text{Г.11})$$

h — номер интерференционной полосы;

L — длина кюветы, мм;

K_1 и K_2 — преломляющие усилия анализируемого и образцового газов, определяемые по таблице Г.5;

t и P_0 — соответственно температура, °С, и давление анализируемого газа, мм рт. ст.

Т а б л и ц а Г.5 — Значения преломляющего усилия газов

Газ	Преломляющее усилие K	Газ	Преломляющее усилие K
Азот	299,14	Воздух (сухой)	292,90
Аммиак	379,00	Гелий	34,90
Аргон	283,14		

ПРИЛОЖЕНИЕ Д (справочное)

СОСТАВ И МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАБОЧИХ РАСТВОРОВ

Д.1 Дегазирующий раствор № 1

Состав: 98 % дихлорэтана, 2 % дихлорамина ДТХ-2 (ДТ-2).

Для приготовления 1 л дегазирующего раствора № 1 25 г дихлорамина ДТХ-2 (ДТ-2) растворяют при перемешивании в течение 10—15 мин в 1 л дихлорэтана. Попадание в раствор воды не допускается. Срок годности раствора в герметичной емкости — 5 сут.

Д.2 Дегазирующий раствор № 2-ащ

Состав: 93 % 20—25 %-ной аммиачной воды, 5 % моноэтаноламина, 2 % едкого натра.

Для приготовления 1 л дегазирующего раствора № 2-ащ в 100 мл водопроводной воды растворяют 20 г измельченного едкого натра. К полученному раствору добавляют 850 мл 20—25 %-ной аммиачной воды и 50 мл моноэтаноламина. Полученный раствор перемешивают в течение 1—3 мин. Срок годности раствора в герметичной емкости — 1 год.

Д.3 Полидегазирующая рецептура РД-2

Применяется в виде готового раствора. Срок годности полидегазирующей рецептуры РД-2 при хранении в герметичной емкости — 1 год.

УДК 658.562:[623.482.011+623.6.011]:620.193.4:65.012.23 ОКС 95.020 009 ОКСТУ 0020

Ключевые слова: аппаратура, испытание, среда

Редактор *И.И. Зайончковская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Н.И. Гавришук*
Компьютерная верстка *В.И. Матюшенко*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 15.05.2001. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,36. Доп. тираж 151 экз.
С 250. Зак. 217.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Отпечатано в ИПК Издательство стандартов.