

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**Единая система защиты от коррозии и старения****МАТЕРИАЛЫ ПОЛИМЕРНЫЕ****Методы ускоренных испытаний на коррозионную агрессивность****Unified system of corrosion and ageing protection.
Polymeric materials. Accelerated test methods for corrosivity**

Дата введения 1982-01-01

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 6 февраля 1981 г. N 550

ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1987 г.) с Изменением N 1, утвержденным в июне 1986 г. (ИУС 9-86)

Настоящий стандарт устанавливает методы ускоренных исследовательских и контрольных испытаний на коррозионную агрессивность полимерных материалов.

Стандарт не распространяется на жидкие полимерные материалы и полимерные материалы, применяемые в агрессивных средах.

1. МЕТОД I

1.1. Сущность метода заключается в определении концентрации ионов хлора, сульфат-ионов и pH водной вытяжки из полимерного материала. Метод применяют для определения коррозионной агрессивности полимерных материалов по отношению к металлам (кроме титана и его сплавов, высоколегированных коррозионностойких сталей и благородных металлов).

1.2. Отбор образцов

1.2.1. Для приготовления пробы берут навеску полимерного материала массой 100 г из 10 мест каждой партии материала. Пробу для испытаний готовят измельчением полимерного материала до получения частиц, проходящих без остатка через сетку N 1 и остающихся на сетке N 05 по ГОСТ 3826-82.

1.2.2. Пробы, полученные по п.1.2.1, смешивают. Среднюю пробу массой 200 г отбирают ручным способом квартованием.

1.3. Аппаратура и реактивы

Приспособление для измельчения.

Сетки N 1 и 05 по ГОСТ 3826-82.

Весы лабораторные общего назначения, 2-го класса точности по ГОСТ 24104-80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919-83.

Колба коническая мерная лабораторная исполнения 1, номинальной вместимостью 500 см³ по ГОСТ 25336-82.

Цилиндр мерный лабораторный исполнения 1, номинальной вместимостью 250 см³ по ГОСТ 1770-74.

pH-метр с пределом допускаемой основной погрешности $\pm 0,05\%$.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-Н-57.

Холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336-82.

Пипетки 1-го класса точности, исполнения 5, номинальной вместимостью 2 и 5 см³ и исполнения 7, номинальной вместимостью 25 см³ по ГОСТ 20292-74.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные лабораторные 1-го класса точности, исполнения 2, номинальной вместимостью 25 и 200 см³ по ГОСТ 1770-74.

Пробирки из прозрачного кварцевого стекла по ГОСТ 19908-80.

Уголь активированный осветляющий по ГОСТ 4453-74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, дважды перегнанная.

Бумага фильтровальная марки Ф по ГОСТ 12026-76.

Калий хлористый по ГОСТ 4234-77, х.ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75, х.ч., 0,1%-ный раствор (по массе).

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, х.ч., 10%-ный раствор (по массе).

Калий серноокислый по ГОСТ 4145-74, х.ч.

Барий хлористый по ГОСТ 4108-72, х.ч., 10%-ный раствор (по массе).

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч., раствор 0,1 моль/дм³.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1.4. Подготовка к испытанию

1.4.1. Из измельченной средней пробы взвешивают шесть навесок массой 15 г. Три навески служат для определения концентрации ионов хлора и сульфат-иона, три - для определения pH водной вытяжки.

1.4.2. Для испытаний используют дистиллированную воду с pH 6,5-6,8.

1.5. Проведение испытаний

1.5.1. Каждую из трех навесок, предназначенных для определения концентрации ионов хлора и сульфат-иона, помещают в сухую коническую колбу на шлифе вместимостью 500 см³. В каждую колбу вносят по 250 см³ дважды перегнанной дистиллированной воды и добавляют по 2 г активированного угля.

1.5.2. Колбы с водой и навесками устанавливают на электроплитку, покрытую асбестом, и присоединяют на шлифе к обратному холодильнику с водяным охлаждением. Содержимое колбы доводят до кипения и кипятят в течение 3 ч, встряхивая через каждые 30 мин.

1.5.3. Колбы охлаждают до температуры (20 ± 5) °C, отсоединяют от холодильника и содержимое фильтруют через беззольный фильтр, дважды промытый дистиллированной водой, в коническую колбу вместимостью 250 см³. Колбу закрывают притертой пробкой.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1.5.4. Каждую из трех навесок, предназначенных для определения pH водной вытяжки, обрабатывают в соответствии с пп. 1.5.1-1.5.3 без добавления в колбу активированного угля.

1.5.5. Определение концентрации ионов хлора в растворах, полученных по п.1.5.3, проводят аргентометрическим методом с помощью нефелометрирования. Калибровочную кривую зависимости оптической плотности от концентрации ионов хлора в растворе строят в соответствии с ГОСТ 9.039-74.

Допускается определение концентрации ионов хлора в растворах другими методами, погрешность которых не превышает $\pm 0,00001\%$.

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 вносят 15 см^3 раствора, полученного по п.1.5.3, добавляют 4 см^3 10%-ного раствора азотной кислоты, 4 см^3 1%-ного раствора азотнокислого серебра и доводят бидистиллятом объем до метки. Раствор перемешивают и через 10-15 мин в кювете с рабочей толщиной слоя 20 мм измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при зеленом светофильтре N 10. По величине оптической плотности с помощью калибровочной кривой вычисляют массовую концентрацию иона хлора в анализируемом растворе.

1.5.6. Определение сульфат-иона в растворах, полученных по п.1.5.3, проводят методом, основанным на образовании опалесценции сернокислого бария при взаимодействии ионов бария с сульфат-ионом и последующем сравнении со стандартной шкалой. Допускается определение концентрации сульфат-ионов в растворах другими методами, погрешность которых не превышает $\pm 0,00001\%$.

1.5.6.1. Для построения стандартной шкалы в мерной колбе вместимостью 200 см^3 растворяют в дистиллированной воде 0,0363 г сернокислого калия. Тщательно перемешивают и доводят дистиллированной водой объем до метки. Массовая концентрация полученного стандартного раствора составит $0,1 \text{ мг/см}^3$.

1.5.6.2. Ряд стандартных растворов, состав которых приведен в таблице, служит стандартной шкалой для определения массы сульфат-иона.

Содержимое пробирок	Номера пробирок										
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Стандартный раствор, см^3	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	0,10
Бидистиллят	До 5 см^3										
Масса сульфат-иона, мг	0	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,1

1.5.6.3. В отдельную пробирку с притертой пробкой наливают 5 см^3 анализируемого раствора, полученного по п.1.5.3. После того, как стандартная шкала и проба приготовлены, во все пробирки приливают по 1 см^3 раствора $0,1 \text{ моль/дм}^3$ соляной кислоты и 10%-ного раствора хлористого бария. Содержимое пробирок встряхивают и через 8-10 мин сравнивают анализируемый раствор со стандартной шкалой.

1.5.7. Определение pH водной вытяжки из полимерного материала проводят на растворах, полученных по п.1.5.4.

1.6. Обработка результатов

1.6.1. Массовую долю ионов хлора в водной вытяжке из полимерного материала в каждой из навесок (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{41,7 \cdot \alpha}{m},$$

где α - массовая концентрация ионов хлора в растворе, взятом для нефелометрирования, мг/см^3 ;

m - навеска материала, г;

41,7 - коэффициент.

1.6.2. Массовую долю сульфат-ионов в водной вытяжке из полимерного материала в каждой из навесок (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{5 \cdot \alpha}{m},$$

где α - масса сульфат-иона, определяемая по стандартной шкале, мг;

m - навеска материала, г;

5 - коэффициент.

1.6.3. За массовую долю ионов хлора, сульфат-ионов и pH водной вытяжки из полимерного материала принимают среднее арифметическое значение трех определений.

1.6.4. Полимерный материал считают коррозионно-агрессивным при массовой доле ионов хлора в водной вытяжке более 0,02% и (или) массовой доле сульфат-ионов - более 0,05%, и (или) pH менее 6,0 или более 8,5.

1.6.5. Если полимерный материал не является коррозионно-агрессивным по методу I, то определение коррозионной агрессивности полимерного материала проводят по методу II, III или IV.

1.6.6. Результаты испытаний заносят в протокол.

1.7. Требования безопасности

1.7.1. Метеорологические условия, уровень звукового давления, уровни звука и содержание вредных примесей в рабочей зоне помещений для испытаний не должны превышать норм, установленных СН-245-71, утвержденных Госстроем СССР.

1.7.2. Требования безопасности труда - по ГОСТ 12.1.007-76 и ГОСТ 12.2.007.0-75.

1.7.3. Требования пожарной безопасности - по ГОСТ 12.1.004-85.

2. МЕТОД II

2.1. Сущность метода заключается в сравнении коррозионных разрушений металла, подвергнутого в герметичном объеме воздействию максимальной температуры эксплуатации в присутствии измельченного полимерного материала, с коррозионными разрушениями металла, подвергнутого такой же обработке без полимерного материала.

2.2. Отбор образцов

2.2.1. Испытания проводят на плоских металлических образцах размерами 50x100 мм, толщиной 1-3 мм, изготовленных по той же технологии, что и изделие, и подготовленных в соответствии с требованиями ГОСТ 17332-71.

2.2.2. В одном из углов каждого образца сверлят отверстие диаметром 3 мм и взвешивают образец на лабораторных весах с погрешностью не более $\pm 0,0002$ г.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2.2.3. Для испытаний применяют четыре металлических образца.

2.2.4. Время между подготовкой металлических образцов и помещением их в герметичные контейнеры не должно превышать 3 ч.

2.3. Аппаратура и материалы

4 герметичных контейнера внутренним диаметром 130 мм и высотой 200 мм, с крючком и крышкой из нержавеющей стали и фторопластовой прокладкой.

Термостат, обеспечивающий температуру, равную максимальной рабочей температуре полимерного материала в изделии, с погрешностью ± 2 °С.

Чашка фарфоровая N 3 по ГОСТ 9147-80.

Весы лабораторные общего назначения, 2-го класса точности по ГОСТ 24104-80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2.4. Подготовка к испытаниям

2.4.1. Из средней пробы, полученной по п.1.2, отбирают две навески по 40 г каждая; взвешенные с погрешностью $\pm 0,01$ г.

2.4.2. В одну фарфоровую чашку помещают навеску, в другую - навеску и 1 см^3 дистиллированной воды, в третью - 1 см^3 дистиллированной воды.

2.4.3. На дно первого контейнера помещают фарфоровую чашку с навеской и дистиллированной водой. Металлический образец подвешивают к крючку на нихромовой проволоке так, чтобы он не касался стенок контейнера и фарфоровой чашки. Контейнер герметично закрывают.

2.4.4. На дно второго контейнера помещают фарфоровую чашку с дистиллированной водой, подвешивают металлический образец (контрольный) по п.2.4.3 и контейнер герметично закрывают.

2.4.5. На дно третьего контейнера помещают фарфоровую чашку с навеской полимерного материала, подвешивают металлический образец по п.2.4.3 и контейнер герметично закрывают.

2.4.6. В четвертый контейнер подвешивают металлический образец (контрольный) по п.2.4.3 и контейнер герметично закрывают.

2.5. Проведение испытаний

2.5.1. Все четыре герметично закрытых контейнера устанавливают в термостат при температуре, равной максимальной рабочей температуре полимерного материала в изделии. В случае, если в изделии материал работает при температуре окружающего воздуха, то температура испытаний равна $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Продолжительность испытаний при максимальной рабочей температуре должна быть равна времени работы полимерного материала в изделии при этой температуре, но не более 30 сут.

2.5.2. Испытания проводят непрерывно.

Время вынужденных перерывов не должно превышать 3 сут и в общую продолжительность испытаний не засчитывается.

2.5.3. По окончании испытаний контейнеры охлаждают до комнатной температуры, извлекают из них металлические образцы и осматривают.

2.6. Обработка результатов

2.6.1. Оценку коррозионных разрушений металлических образцов проводят по ГОСТ 9.908-85 или ГОСТ 9.076-77.

2.6.2. Предназначенный для работы в замкнутом объеме полимерный материал считают коррозионно-агрессивным, если металлические пластинки, испытанные в контейнерах по пп.2.4.3 и 2.4.5, поражены коррозией больше, чем металлические пластинки, испытанные в контейнерах по пп.2.4.4 и 2.4.6 соответственно.

2.6.3. Определение коррозионной агрессивности полимерных материалов, предназначенных для работы в незамкнутом объеме независимо от результатов испытаний по методу II, проводят методом III или IV.

2.7. Требования безопасности - по п.1.7.

3. МЕТОД III

3.1. Сущность метода состоит в попеременном воздействии на образцы конденсационной влаги и ее высушивании.

Метод применяют для испытаний полимерных материалов, предназначенных для эксплуатации в условиях конденсации влаги.

3.2. Образцы для испытаний

3.2.1. Для испытаний применяют плоские образцы металла размерами 50x100 мм или 100x150 мм толщиной 1-3 мм, изготовленные по той же технологии, что и изделие, и подготовленные в соответствии с требованиями ГОСТ 9.908-85.

Время между подготовкой металлических образцов и соединением их с полимерным материалом в сборку не должно превышать 3 ч.

3.2.2. Образцы полимерного материала перед образованием контактов с металлом тщательно протирают марлей, смоченной авиационным бензином (ГОСТ 1012-72) или этиловым спиртом (ГОСТ 18300-72), а затем сухой марлей и просушивают на воздухе в течение 3 ч. После подготовки образцов их разрешается брать только за торцы в хлопчатобумажных перчатках.

3.2.3. Из образцов полимерного материала и металлических образцов готовят сборку для испытаний по чертежу и контрольную сборку, состоящую только из металлических образцов.

Образцы полимерного материала и металла, входящие в сборку, должны иметь одинаковые размеры.

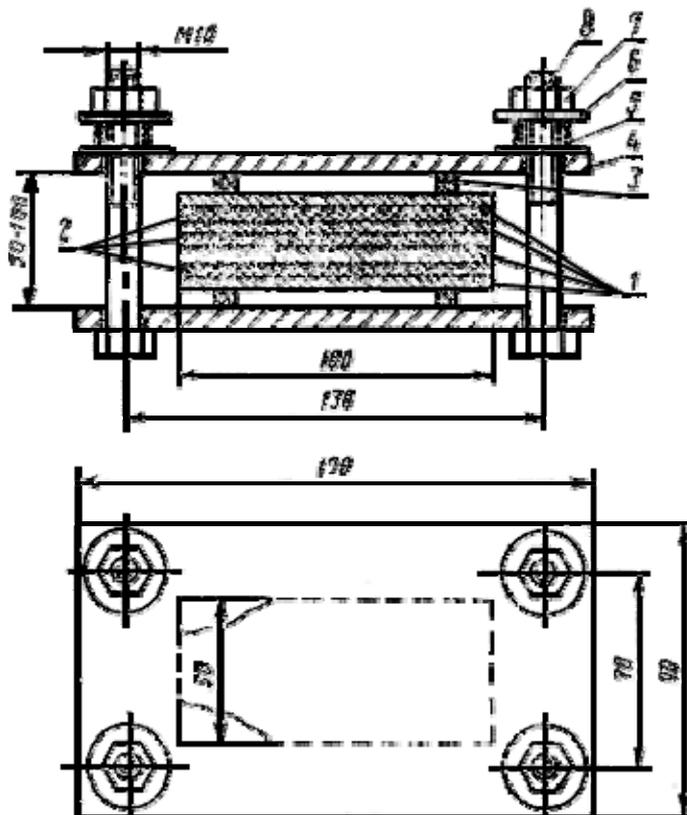
Конструкция сборок должна обеспечивать постоянное усилие прижатия полимерного материала к металлу, например, с помощью ключа с регулируемым крутящим моментом. Между металлическими пластинками сборки и образцами испытываемого металла прокладывают бруски сечением 5x5 мм из конструкционного коррозионно-неагрессивного материала.

3.2.4. Для испытаний образцов, имитирующих контакт полимерного материала с металлом в изделии, осуществляемый сваркой, клеей, совместным отверждением, вулканизацией и т.п., контакты получают по технологии, соответствующей их получению в изделии, а толщина полимерного материала должна соответствовать его толщине в изделии, но не более 10 мм.

3.3. Аппаратура

Термостаты или климатические камеры из коррозионно-неагрессивных материалов, обеспечивающие поддержание температуры от 5 до 60 °С (например, камера термоциклирования марки КТЦ-0,025) с погрешностью ± 2 °С.

Устройство для скрепления образцов, схема которого приведена на чертеже.



1 - образцы металла; 2 - образцы полимерного материала; 3 - брусок 5x5 мм из коррозионно-неагрессивного материала, например, из титанового сплава марки ОТ 4-1 по ГОСТ 19807-74; 4 - металлическая пластина струбцины; 5 - пружина по ГОСТ 13770-68; 6 - шайба по ГОСТ 11371-78; 7 - гайка по ГОСТ 5915-70; 8 - болт по ГОСТ 7798-70.

3.4. Подготовка к испытаниям

3.4.1. Составляют программу испытаний, в которой указывают состав и способ подготовки образцов полимерного материала и металла, способ образования контактов между полимерным материалом и металлом, а также необходимое количество вариантов сборки.

3.4.2. Образцы полимерного материала и металла комплектуют в сборки.

Усилие прижатия полимерного материала к металлу в сборке должно соответствовать усилию прижатия его в изделии.

3.4.3. Сборки маркируют несмываемой краской или прикрепляют к ней тонкой нихромовой проволокой бирку из коррозионно-неагрессивных материалов.

3.4.4. В термостатах устанавливают:

в первом - температуру (5 ± 2) °С;

во втором - температуру (22 ± 3) °С и относительную влажность воздуха не ниже 60%;

в третьем - температуру (50 ± 2) °С.

Сборки устанавливают в термостаты или климатические камеры таким образом, чтобы образцы имели вертикальное положение по короткому торцу. Стеkanie конденсата на образцы с элементов конструкции камеры, а также с образцов, расположенных выше, не допускают.

В одной климатической камере или термостате проводят испытания только одного варианта сборки или контрольной сборки.

Загрузка аппаратуры сборками должна быть не более чем на 20% объема. Расстояние между сборками, а также между сборками и стенками камеры должно быть не менее 10 мм.

3.5. Проведение испытаний

3.5.1. Испытания проводят циклами.

Цикл испытаний включает последовательную выдержку сборок при температуре (5 ± 2) °С в течение 30 мин, при температуре (22 ± 3) °С и относительной влажности воздуха не ниже 60% в течение 1 ч, при температуре (50 ± 2) °С в течение 1 ч.

3.5.2. Испытания проводят в климатической камере или последовательно в трех термостатах.

Проводят 180 циклов.

3.5.3. Если оценку коррозионных разрушений проводят не сразу после испытаний, сборки хранят в условиях, исключающих дальнейшее развитие коррозии: температура (22 ± 2) °С, относительная влажность воздуха не более 40%.

3.5.4. Разъединяют сборки полимерного материала с металлом. Если контакт между полимерным материалом и металлом получают сваркой, клейкой или совместной вулканизацией (закладные детали, покрытия и т.п.), слой полимерного материала фрезеруют или строгают с последующим растворением полимерного материала или клеевого подслоя в соответствии с рекомендуемым приложением.

3.6. Обработка результатов

3.6.1. Оценка коррозионных разрушений металлических образцов проводят по ГОСТ 9.908-85 или ГОСТ 9.076-77.

3.6.2. Выводы о коррозионной агрессивности полимерного материала делают на основании сравнения коррозионных разрушений металлических образцов, контактировавших и не контактировавших с полимерным материалом в процессе испытаний.

3.6.3. Полимерный материал не считают коррозионно-агрессивным по отношению к данному металлу в случае, если на металлических образцах, испытанных в контакте с полимерным материалом, коррозии нет или имеется слабый отпечаток армирующего материала или потускнение поверхности.

Полимерный материал считают коррозионно-агрессивным по отношению к данному металлу в случае, если на любом из металлических образцов, испытанных в контакте с полимерным материалом, имеются более значительные коррозионные разрушения по сравнению с контрольным образцом металл-металл, имеющим наименьшее коррозионное разрушение.

3.7. Требования безопасности - по п.1.7.

4. МЕТОД IV

4.1. Сущность метода состоит в попеременном воздействии на образцы повышенной относительной влажности воздуха и повышенной температуры.

Метод применяют для испытаний полимерных материалов, предназначенных для эксплуатации в условиях высокой относительной влажности воздуха до $(95\pm 3)\%$.

4.2. Образцы для испытаний - по п.3.2.

Испытывают по две сборки каждого варианта по пп.3.2.3 и 3.2.4.

4.3. Аппаратура

Камера климатическая или термостаты, обеспечивающие поддержание температуры в рабочем объеме:

до $145\text{ }^{\circ}\text{C}$ с погрешностью $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,

от 150 до $249\text{ }^{\circ}\text{C}$ с погрешностью $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,

от 250 до $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ с погрешностью $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Устройство для скрепления образцов, схема которого приведена на чертеже.

Эксикаторы по ГОСТ 25336-82.

4.4. Подготовка к испытаниям - по п.3.4.

4.5. Проведение испытаний

4.5.1. Испытания проводят циклами.

Цикл испытаний включает выдержку сборок при температуре от 15 до $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ и относительной влажности воздуха $(95\pm 3)\%$ в течение $6,5$ и $0,5$ сут при предполагаемой максимальной температуре эксплуатации или $60\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.5.2. Две сборки полимерного материала с металлом и две контрольные сборки помещают отдельно в климатические камеры или эксикаторы при температуре от 15 до $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ и относительной влажности $(95\pm 3)\%$ и выдерживают в течение $6,5$ сут.

Затем одну сборку полимерного материала с металлом помещают в термостат при предполагаемой максимальной температуре эксплуатации полимерного материала, другую - в термостат при температуре $60\text{ }^{\circ}\text{C}$. Контрольные сборки помещают в два других термостата при тех же температурах.

Сборки выдерживают $0,5$ сут.

4.5.3. Проводят восемь циклов испытаний.

4.6. Обработка результатов - по п.3.6.

Выводы о коррозионной агрессивности полимерного материала делают на основании коррозионных разрушений металлических образцов, контактировавших и не контактировавших с полимерным материалом, испытывавшихся в одинаковых условиях.

4.7. Требования безопасности - по п.1.7.

МЕТОД УДАЛЕНИЯ КЛЕЕВОГО ПОДСЛОЯ И ПОЛИМЕРНОГО МАТЕРИАЛА С ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛА

Сущность метода состоит в растворении или размягчении полимерного материала и клеевого подслоя в растворителе, например, в циклогексаноне при нормальной температуре или температуре кипения растворителей и их удалении с поверхности металла.

1. Аппаратура, посуда и реактивы

Установка для размягчения полимерного материала или клеевого подслоя в растворителе;

бачок из нержавеющей стали с отверстием диаметром 130 мм, закрывающейся крышкой на резьбе с прокладкой из фторопласта, емкостью 2 дм³;

холодильник обратный по ГОСТ 25336-82;

штатив лабораторный;

электроплитка по ГОСТ 14919-83;

шланг резиновый;

растворитель;

силикагель марки ШСМГ по ГОСТ 3956-76.

2. Подготовка и проведение испытаний

В бачок помещают механически обработанные в соответствии с п.3.5.4 испытуемые образцы и по одному контрольному образцу исследуемого металла, наливают растворитель до такого уровня, чтобы образцы полностью покрывались растворителем. Бачок с помощью резинового шланга подсоединяют к обратному холодильнику, укрепленному на штативе, и ставят на электроплитку.

Тепловую обработку сборок проводят при температуре кипения растворителя в течение 5-20 ч, в зависимости от вида клеевого подслоя полимерного материала до полного их размягчения.

Образцы вынимают из бачка и удаляют размягченный слой клея или полимерного материала с помощью марлевого тампона или деревянной пластины. Очищенные от клея и остатков полимерного материала образцы металла промывают в чистом растворителе, затем в воде и просушивают. До оценки коррозионной агрессивности просушенные образцы металла помещают в эксикатор с просушенным силикагелем марки ШСМГ по ГОСТ 3956-76.

Текст документа сверен по:
официальное издание
М.: Издательство стандартов, 1987