

	Luft- und Raumfahrt Raumfahrtproduktsicherung Thermo-Vakuum-Ausgasungstest für die Auswahl von Raumfahrtmaterialien Deutsche und Englische Fassung EN 14091:2002	DIN EN 14091
--	--	-------------------------------

ICS 49.025.01; 49.140

Aerospace —
Space product assurance —
Thermal vacuum outgassing test for the screening of space materials;
German and English version EN 14091:2002

Aéronautique et espace —
Assurance produit des projets spatiaux —
Essai de dégazage sous vide thermique pour sélection
des matériaux d'un projet spatial;
Version allemande et anglaise EN 14091:2002

Die Europäische Norm EN 14091:2002 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Die *European Cooperation for Space Standardization (ECSS)*, eine Einrichtung zur Erstellung eines kohärenten, einheitlichen Normenwerkes zur Anwendung in allen europäischen Raumfahrtprojekten, hat am 1996-11-13 vom *Europäischen Komitee für Normung (CEN)* das Mandat (M/237) erhalten, für den CEN-Subsektor T02 „Aerospace“ Europäische Normen (EN) auszuarbeiten.

Das ECSS-Dokument „ECSS – Q – 70-02A“ wurde in den Gremien des ECSS unter Mitwirkung deutscher Experten erarbeitet und nach Durchlauf der Formellen Abstimmung im CEN als Europäische Norm EN 14091:2002 angenommen.

Entsprechend Beschluss 57/9 des Technischen Ausschusses des Beirats der Normenausschuss Luft- und Raumfahrt (NL) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. sind die europäischen Luft- und Raumfahrt-Normungsergebnisse zweisprachig, in Deutsch und Englisch, in das Deutsche Normenwerk zu überführen. Aus diesem Grund wurde der Deutschen Fassung dieser EN-Norm die Englische Fassung hinzugefügt.

Für die im Inhalt zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 14644-1 siehe DIN EN ISO 14644-1

Fortsetzung Seite 2
und 55 Seiten EN

Normenausschuss Luft- und Raumfahrt (NL) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 14644-1, *Reinräume und zugehörige Reinraumbereiche — Teil 1: Klassifizierung der Luftreinheit* (ISO 14644-1:1999); Deutsche Fassung EN ISO 14644-1:1999.

Deutsche Fassung

Raumfahrtproduktsicherung
Thermo-Vakuum-Ausgasungstest für die Auswahl von Raumfahrtmaterialien

Space product assurance — Thermal vacuum outgassing
test for the screening of space materials

Assurance produit des projets spatiaux —
Essai de dégazage sous vide thermique pour sélection des
matériaux d'un projet spatial

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 22. Dezember 2001 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort.....	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe und Abkürzungen	7
3.1 Begriffe.....	7
3.2 Abkürzungen	8
4 Vorbedingungen.....	8
4.1 Risiken, Gesundheits- und Sicherheitsvorkehrungen	8
4.2 Materialproben.....	9
4.2.1 Konfiguration.....	9
4.2.2 Reinigung.....	9
4.2.3 Handhabung und Lagerung	10
4.2.4 Identifikation von Materialien.....	10
4.3 Einrichtungen	10
4.3.1 Sauberkeit.....	10
4.3.2 Umgebungsbedingungen.....	10
4.4 Geräte	10
4.4.1 Prüfgeräte	10
4.4.2 Spezialgerät	11
5 Durchführung der Prüfung.....	12
5.1 Einleitung.....	12
5.2 Prüfverfahren für die allgemeine Anwendung im Raumfahrzeug.....	12
5.2.1 Reinigung von Schalen und Kollektorplatten	12
5.2.2 Konditionierung von Schalen und Kollektorplatten	12
5.2.3 Konditionierung der Proben	12
5.2.4 Wägen von Proben.....	12
5.2.5 Wägen der Kollektorplatten	12
5.2.6 Einbringen in das Prüfsystem	12
5.2.7 Auspumpen und Aufheizen.....	12
5.2.8 Prüfende.....	12
5.2.9 Gaszufuhr.....	13
5.2.10 Entleeren des Systems.....	13
5.2.11 Lagerung der Kollektorplatten	13
5.2.12 Infrarotanalysen	13
5.2.13 Reinigung des Systems.....	13
5.2.14 Verbesserung der Empfindlichkeit der CVCM-Messungen	13
6 Darstellung der Prüfdaten	16
7 Annahmegrenzen	17
7.1 Annahmegrenzen für eine erneute Prüfung des Materials	17
7.2 Annahmegrenzen für die Anwendung eines Materials	17
7.2.1 Allgemeines	17
7.2.2 Korrekturmaßnahmen bei Materialien mit hoher Ausgasung	17
7.2.3 Wasseraufnahme von Materialien	17
7.2.4 Schärfere Anforderungen an die Ausgasung	18
8 Qualitätssicherung.....	18
8.1 Allgemeines	18
8.2 Aufzeichnungen	18
8.3 Fehler.....	19
8.4 Kalibrierung	19
8.5 Rückverfolgbarkeit.....	19

	Seite
9 Audit des Mikro-VCM-Prüfgeräts	20
9.1 Allgemeines	20
9.2 Anfangsaudit des Systems (Abnahme)	20
9.2.1 Überprüfung von Geräten und zugehörigen Einrichtungen	20
9.2.2 Durchführung einer Blindprüfung	20
9.2.3 Durchführung einer tatsächlichen Prüfung	21
9.2.4 Fehler	21
9.2.5 Angabe des Auditergebnisses	21
9.3 Jährliches reguläres Review (Instandhaltung) des Systems	21
9.3.1 Überprüfung von Geräten und zugehörigen Einrichtungen	21
9.3.2 Beurteilung der gegenseitigen Vergleichbarkeit (Prüfung)	21
9.3.3 Fehler	21
9.3.4 Angabe des Auditergebnisses	21
9.4 Spezielles Review	22
9.4.1 Allgemeines	22
9.4.2 Rückstellung von Proben	22
Anhang A (informativ) Beispiele für ausgefüllte Datenblätter	23
Anhang B (informativ) Beispiel einer Konformitätsbescheinigung	27
 Bilder	
Bild 1 — Mikrogerät für kondensierbare flüchtige Stoffe (Mikro-VCM-Gerät)	11
Bild 2 — Flussdiagramm für die Vorbereitung und die Anfangsmessungen	14
Bild 3 — Flussdiagramm des Prüfablaufs	14
Bild 4 — Parameter für die Probe	15
Bild 5 — Parameter für die Kollektorplatte	16
 Tabellen	
Tabelle 1 — Abgeleitete Ausgasungseigenschaften	19
Tabelle A.1 — Beispiel einer ausgefüllten Materialidentifikationskarte	24
Tabelle A.2 — Beispiel eines ausgefüllten Mikro-VCM-Arbeitsblattes	25
Tabelle A.3 — Beispiel eines ausgefüllten Mikro-VCM-Datenblattes	26

Vorwort

Dieses Dokument EN 14091:2002 wurde von CMC erarbeitet.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis August 2002, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2002 zurückgezogen werden.

Sie basiert auf einer früheren Version¹⁾, die von der ECSS-Normungsarbeitsgruppe „Produktsicherung“ ausgearbeitet, vom Technischen ECSS-Ausschuss überprüft und vom ECSS-Lenkungsgremium verabschiedet wurde. Die Europäische Kooperation für Raumfahrtnormung (ECSS) ist eine Kooperation der Europäischen Raumfahrtagentur, nationaler Raumfahrtagenturen und europäischer Industrievereinigungen mit dem Ziel der Ausarbeitung und Pflege von einheitlichen Normen.

Diese Norm gehört zu einer Reihe von Raumfahrtnormen, die sich mit dem Management, der Technik (Engineering) und der Produktsicherung in Raumfahrtprojekten und -anwendungen befassen.

Diese Norm formuliert Anforderungen als Festlegungen dessen, was erreicht und weniger, wie die erforderliche Arbeit organisiert und durchgeführt werden soll. Dadurch können bestehende Organisationsstrukturen und -methoden beibehalten werden, wo sie effektiv sind, und sich weiterentwickeln, soweit erforderlich, ohne die Normen neu abfassen zu müssen.

Bei der Abfassung dieser Norm wurde die Normenreihe ISO 9000 berücksichtigt.

Die Anhänge A und B sind informativ.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

1) ECSS-Q-70-02A

Einleitung

Die Beschleunigung des Ausgasungsprozesses ergibt sich aus der Belastung im Vakuum bei erhöhter Temperatur. Das in dieser Norm beschriebene Verfahren führt zu zuverlässigen Daten für die Ausgasungseigenschaften von Materialien bei einer Temperatur von 125 °C. Einige Materialien besitzen bei anderen Temperaturen jedoch eine andere Kinetik. Trotzdem sind bei anderen Temperaturen Vergleiche möglich, vorausgesetzt, dass die Kinetik des Ausgasens ähnlich ist (eine bestimmte Aktivierungsenergie ähnlicher Größe für die zu vergleichenden Materialien). Außerdem ist die Messung des Kontaminationspotentials nur für Kollektoren bei 25 °C mit ähnlichen Haftwerten vergleichbar und streng gültig.

In dieser Norm wird ein Basisprüfverfahren ausführlich behandelt. Es ist nicht vorgesehen, die gewonnenen Daten für Vorhersagen der Kontamination zu verwenden; jedoch können mit ihnen, den Massen der betreffenden Materialien und den Sichtfaktoren gegenüber Kontamination anfälliger Elemente einige Worst-Case-Analysen durchgeführt werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm beschreibt einen Thermovakuumtest zur Bestimmung der Ausgasungseigenschaften von Materialien, die für die Herstellung von Raumfahrzeugen und zugehörigen Einrichtungen empfohlen werden, für Vakuumeinrichtungen für Flughardwaretests und für bestimmte Hardware für Startplattformen.

Die Norm behandelt:

- kritische Designparameter des Prüfsystems;
- kritische Prüfparameter, wie z. B. Temperatur, Zeit, Druck;
- Vorbereitung der Materialproben;
- Parameter zur Konditionierung von Proben und Kollektorplatten;
- Darstellung der Prüfdaten;
- Abnahmekriterien;
- Zertifizierung von Prüfsystemen und ihrem Bedienpersonal durch Audits und Ringversuche.

Die in dieser Norm beschriebene Prüfung gilt für unbemannte Raumfahrzeuge, Startplattformen, Nutzlasten und Experimente. Die Prüfung gilt auch für externe Hardware von bemannten Raumfahrtssystemen und für Hardware für terrestrische Vakuumprüfeinrichtungen.

Die Abnahmekriterien für ein Material, die auf Daten von Ausgasungstests beruhen, hängen von der Anwendung und dem Ort des Materials ab und können strenger sein als die Normanforderungen nach 7.2.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

EN 13701, *Raumfahrtsysteme* — *Glossar*.

EN 14097, *Raumfahrtproduktsicherung* — *Nichtkonformitäts-Kontrollsystem*.

ECSS-Q-20, *Raumfahrtproduktsicherung* — *Qualitätssicherung*.

ECSS-Q-70, *Raumfahrtproduktsicherung* — *Materialien, mechanische Teile und Prozesse*.

ISO14644-1:1999, *Cleanrooms and associated controlled environments — Part 1: Classification of air cleanliness (Reinräume und zugehörige Reinraumbereiche — Teil 1: Klassifizierung der Luftreinheit)*.

3 Begriffe und Abkürzungen

3.1 Begriffe

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm gelten die in EN 13701 und ECSS-Q-70 angegebenen und die folgenden Begriffe.

3.1.1

Ausheizen

Erhöhen der Temperatur der Hardware zur Beschleunigung ihrer Ausgasung mit der Absicht, den Gehalt an molekularen Verunreinigungen in der Hardware zu verringern

ANMERKUNG Ausheizen wird üblicherweise im Vakuum durchgeführt, kann jedoch auch in einer geregelten Atmosphäre vorgenommen werden.

3.1.2

Reinraum

Raum, in dem die Konzentration der Schwebstoffe geregelt ist, und der so aufgebaut ist und verwendet wird, dass die Einleitung, Erzeugung und Zurückhaltung von Teilchen in seinem Innern minimal ist, und in dem andere zugehörige Parameter, z. B. Temperatur, Luftfeuchtigkeit und Druck wie erforderlich geregelt sind

[ISO 14644-1:1999]

3.1.3

gesammelte kondensierbare flüchtige Stoffe (CVCM)

Menge von Ausgasungsstoffen aus einem Probekörper, die an einem Kollektor kondensiert, der für eine festgelegte Zeit auf einer bestimmten Temperatur gehalten wird

ANMERKUNG CVCM werden in Prozent der Ausgangsmasse des Probekörpers angegeben und aus der Kondensatmasse berechnet, die aus der Differenz der Masse der Kollektorplatte vor und nach der Prüfung bestimmt wird.

3.1.4

Ausgasung

Freisetzen gasförmiger Stoffe aus einem Probekörper im Hochvakuum

3.1.5

Quarzmikrowaage (QCM)

Gerät zur Messung kleiner auf einem Quarz abgeschiedener Massemengen unter Verwendung der Eigenschaften eines Quarzoszillators

3.1.6

Masseverlust ohne Wasser (RML)

Gesamtmasseverlust des Probekörpers ohne absorbiertes Wasser ($RML = TML - WVR$)

ANMERKUNG Der RML wird eingeführt, weil Wasser nicht immer als kritische Verunreinigung in Materialien für die Raumfahrt angesehen wird.

3.1.7

Haftwert

Wahrscheinlichkeit, dass ein auf eine Oberfläche auftreffendes Molekül auf dieser verbleibt, bevor eine erneute Verdunstung des Moleküls erfolgt

3.1.8

Gesamtmasseverlust (TML)

Gesamtmasseverlust an Material, das in einer festgelegten Zeit aus einem Probekörper bei einer bestimmten konstanten Temperatur und Betriebsdruck ausgast

ANMERKUNG Der TML wird aus der Masse des Probekörpers berechnet, die vor und nach der Prüfung gemessen wird, und in Prozent der Anfangsmasse des Probekörpers angegeben.

3.1.9

Wasserdampfaufnahme (WVR)

Masse Wasserdampf, der durch den Probekörper nach dem wahlweise durchgeführten Rekonditionierungsschritt wieder aufgenommen wird

ANMERKUNG Der WVR wird aus der Differenz der Masse des Probekörpers berechnet, die nach der Prüfung von TML und CVCM und nochmals nach Einwirkung der Atmosphärenbedingungen und 65 % relativer Luftfeuchtigkeit bei Raumtemperatur (22 ± 3) °C bestimmt wird.

3.2 Abkürzungen

In dieser Europäischen Norm werden folgende Abkürzungen definiert und verwendet.

Abkürzung	Bedeutung
ATOX atomic oxygen	Atomarer Sauerstoff
CVCM collected volatile condensable material	Gesammelter kondensierbarer flüchtiger Stoff
DML declared material list	Verzeichnis ausgewählter Materialien
PTFE polytetrafluorethylene	Polytetrafluorethylen
QCM quartz crystal microbalance	Quarzmikrowaage
RH relative humidity	Relative Luftfeuchtigkeit
RML recovered mass loss	Masseverlust ohne Wasser
RT room temperature	Raumtemperatur
TML total mass loss	Gesamtmasseverlust
VCM volatile condensable material	Kondensierbare flüchtige Stoffe
WVR water vapour regained	Wasserdampfaufnahme

4 Vorbedingungen

4.1 Risiken, Gesundheits- und Sicherheitsvorkehrungen

Auf Gesundheits- und Sicherheitsvorkehrungen ist besonders Wert zu legen. Im Folgenden ist eine Sicherheitsprüfliste angegeben.

- Kontrolle und Minimierung von Gefährdungen von Personal, Ausrüstung und Materialien;
- Einheiten und Bedienungselemente sind so anzubringen, dass das Personal keinen Gefährdungen, wie Bränden, elektrischen Schlägen, scharfen Kanten, scharfen Spitzen oder toxischen Atmosphären, ausgesetzt ist;
- In die Anweisungen für den Betrieb, die Lagerung, den Transport, die Prüfung, die Montage, die Instandhaltung und Reparatur sind geeignete Warn- und Achtungsvermerke aufzunehmen und Merkmale an gefährlichen Einheiten, Einrichtungen oder Einrichtungen für den Personenschutz anzubringen.

4.2 Materialproben

4.2.1 Konfiguration

4.2.1.1 Besteht das Material aus mehreren Einheiten, ist es nach der gültigen Prozessspezifikation oder den Daten des Herstellers in einer Menge vorzubereiten, die zu repräsentativen Proben führt (mindestens 12 g, 10 g für die Anfangsprüfung und 2 g für die folgende erneute Prüfung, sofern es sich als erforderlich erweist). Die gelieferte Materialprobe ist entsprechend denselben Prozessparametern (z. B. Aushärten/Vulkanisieren und Ausheizen) wie das für den Einsatz im Raumfahrzeug zu verwendende betreffende Material herzustellen.

4.2.1.2 Materialschnitte werden im allgemeinen von der Prüfanstalt hergestellt. Für jedes Material sind drei Probekörper wie folgt herzustellen:

- a) Einbettmassen und voluminöse Klebemittel sind auf eine PTFE-Platte zu gießen, so dass eine Probe mit einigen Millimetern Dicke (vorzugsweise 2 mm) nach dem Aushärten/Vulkanisieren von der PTFE-Platte abgenommen werden kann. Die Probe ist vor der Prüfung in Würfel (Kantenlänge 1,5 mm bis 2 mm) zu schneiden.
- b) Dünne Filme, Überzüge, Klebemittel und Klebeband sind auf einer entfetteten trockenen Metallfolie bekannter Dicke aufzubringen, z. B. Aluminiumfolie mit einer typischen Dicke von $16 \mu\text{m}$ ($4 \times 10^{-3} \text{ g/cm}^2$), und dann in Streifen mit einer Breite von etwa 10 mm zu schneiden und aufzurollen, damit sie in die Probekörperschale hineinpassen.
- c) Nichtaushärtende Klebemittel sind zwischen dünnen Metallfolien einzubringen und nach b) vorzubereiten.
- d) Wird ein nichtmetallisches Substrat verwendet, ist für eine gesonderte Prüfung eine Probe dieses Substrats anzufertigen.
- e) Werden Materialien auf Substraten vorbereitet, ist außer der Materialprobe eine Substratprobe anzufertigen.
- f) Werden Grundiermittel verwendet, ist das komplette System zu prüfen.
- g) Materialien, wie Drähte, Kabel oder Hüllen, deren kleinste Abmessung geringer als 1,5 mm ist, sind in Stücke von etwa 10 mm Länge zu schneiden.
- h) Materialien mit Metallteilen (z. B. elektrische Drähte oder Steckverbinder) sind nach Möglichkeit ohne die Metallteile zu prüfen. Ist das nicht möglich, ist das Verhältnis Metallmasse zur Gesamtmasse anzugeben.
- i) Flüssigkeiten und Fette sind in eine Probekörperschale zu geben; in manchen Fällen kann es günstiger sein, die Flüssigkeit vor dem Einbringen in eine Schale mit einem neutralen Streckmittelpulver, wie z. B. Silica, zu mischen. In letzterem Fall ist das Verhältnis Streckmittelmasse zur Gesamtmasse anzugeben.
- j) Für Schäume mit geringer Dichte kann eine Probenmasse von 100 mg erreicht werden durch
 - 1) Verwendung einer größeren Probenschale oder
 - 2) Hineindrücken des Schaums in die Probenschale.

4.2.2 Reinigung

Die Reinigung und weitere Behandlung der Proben müssen denen entsprechen, die bei der Flughardware, die die Probe repräsentiert, vor dem Einbau in das Raumfahrzeug verwendet werden. Eine weitere Reinigung oder Behandlung darf nicht vorgenommen werden. Die mit der Prüfung beauftragte Prüfanstalt muss die Materialien so prüfen, wie sie geliefert werden, und darf keine weitere Reinigung oder Behandlung durchführen, es sei denn, es wäre gewünscht.

4.2.3 Handhabung und Lagerung

Proben dürfen nur mit sauberen Nylon- oder fusselfreien Handschuhen angefasst werden und in einem klimareguliertem Bereich mit einer Temperatur von $(22 \pm 3) ^\circ\text{C}$ und einer relativen Luftfeuchtigkeit von $(55 \pm 10) \%$ gelagert werden. Beschichtete Oberflächen sind mit Polyethylen- oder Polypropylenfolie oder -platten vor Berührung zu schützen. Durch Verpacken der so geschützten Werkstücke in sauberem, staub- und fusselfreiem Material können körperliche Beschädigungen verhindert werden. Materialien mit begrenzter Lebensdauer sind mit ihrer Lagerbeständigkeit und dem Herstellungsdatum oder, falls unbekannt, mit dem Lieferdatum zu kennzeichnen.

4.2.4 Identifikation von Materialien

Für die Prüfung vorgesehenen Materialien ist ein vollständiges Datenblatt zur Materialidentifikation beizulegen. In Tabelle A.1 ist ein Beispiel für ein solches Datenblatt mit Informationen angegeben, die zu einem späteren Zeitpunkt für die Eingabe betreffender Daten in ein Verzeichnis ausgewählter Materialien (DML) oder eine Ausgasungsdatenbank (siehe Abschnitt 6) verwendet werden können.

4.3 Einrichtungen

4.3.1 Sauberkeit

Der Arbeitsplatz muss sauber und weitgehend staubfrei sein, jedoch nicht notwendigerweise Reinraum-Atmosphäre besitzen. Für die Belüftung verwendete Luft muss gefiltert werden, um eine Verschmutzung der Probe zu verhindern.

4.3.2 Umgebungsbedingungen

Während der Konditionierung der vorbereiteten Materialproben muss die Umgebungstemperatur $(22 \pm 3) ^\circ\text{C}$ und die relative Luftfeuchtigkeit $(55 \pm 10) \%$ betragen.

4.4 Geräte

4.4.1 Prüfgeräte

- a) Zur Überwachung der im Folgenden aufgeführten Prozessanforderungen sind geeignete Messgeräte zu verwenden:

Temperatur: $10 ^\circ\text{C}$ bis $130 ^\circ\text{C}$, Genauigkeit $\pm 1 ^\circ\text{C}$

Luftfeuchtigkeit: 40% bis 80% relative Luftfeuchtigkeit, Genauigkeit $\pm 1 \%$

Vakuum: 10^{-4} Pa , Genauigkeit $\pm 10 \%$

- b) Infrarotspektrometer (sofern anwendbar) geeigneter Empfindlichkeit, mit dem ein Infrarotspektrum der kondensierten Verunreinigungen im Bereich $2,5 \mu\text{m}$ bis $16 \mu\text{m}$ aufgenommen werden kann.

- c) Mikrowaage: $1 \times 10^{-6} \text{ g}$ bis $5 \times 10^{-6} \text{ g}$

- d) Vakuumtrockenschrank:

— 1 Pa

— bis $150 ^\circ\text{C}$

4.4.2 Spezialgerät

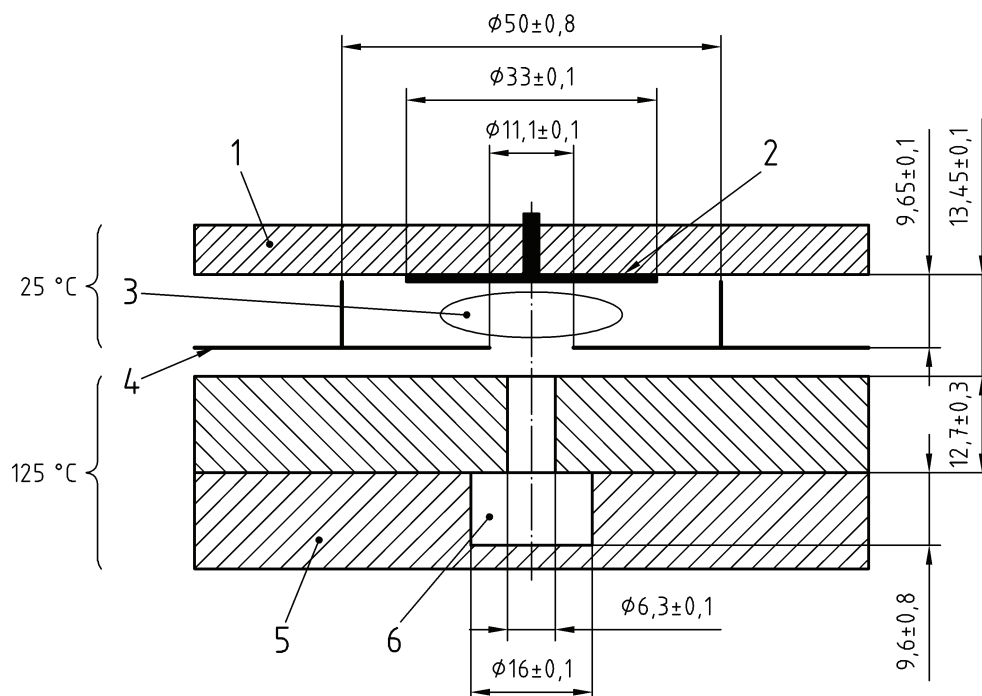
Das Gerät besteht aus einem Einsatz, der in einem herkömmlichen für ihn geeignet bemessenen Vakuumsystem angeordnet ist, das die notwendigen Durchführungen aufnehmen kann.

Der Einsatz besteht aus einem Stab (oder Stäben) mit 24 in gleichem Abstand voneinander angeordneten Kammern für die Probekörper mit einem Durchmesser von $(16 \pm 0,1)$ mm und einer Tiefe von $(9,6 \pm 0,8)$ mm. Der Abstand zwischen zwei benachbarten Probekörperkammern beträgt $(50 \pm 0,8)$ mm. Die offenen Enden der Probekörperkammern mit einem Durchmesser von $(6,3 \pm 0,1)$ mm und einer Länge von $(12,7 \pm 0,3)$ mm weisen auf die Kollektorplatten auf der(den) Kühlplatte(n), die mit Befestigungen versehen ist(sind), die einen guten thermischen Kontakt mit den Kollektorplatten sicherstellt(en). Der Abstand zwischen den offenen Enden der Probekörperkammern und der(den) Kühlplatte(n) beträgt $(13,45 \pm 0,1)$ mm.

Eine Querkontamination zwischen verschiedenen Kammern wird durch eine Separatorplatte(n) mit einer Dicke von $(0,75 \pm 0,1)$ mm, die mit Löchern mit einem Durchmesser von $(11,1 \pm 0,1)$ mm perforiert ist, vor der Probekörperkammer verringert. Die Separatorplatte(n) ist(sind) zwischen dem(den) Heizstab(stäben) und der(den) Kühlplatte(n) in einem Abstand von $(9,65 \pm 0,1)$ mm von letzterer(n) angeordnet. Übliche Kollektoren sind verchromte Aluminiumplatten mit einem Durchmesser von $(33,0 \pm 0,1)$ mm und einer Dicke von $(0,65 \pm 0,1)$ mm. Es sollte möglich sein, sie durch Kollektorplatten aus Natriumchlorid oder Germanium zu ersetzen, so dass die Infrarotanalyse der kondensierten Materialien durchgeführt werden kann. Es muss auf die Axialität zwischen dem heißen Stab und der(den) Kühlplatte(n) Wert gelegt werden (siehe Bild 1).

Mit einem leeren System muss innerhalb von einer Stunde ein Druck von 10^{-4} Pa erreicht werden. Das Vakuumsystem muss „ölfrei“ sein; dies ist während jeder Prüfung mit Hilfe von drei Blind-Kollektorplatten, die zufällig verteilt sind, zu überprüfen. Es müssen Mittel zur Verfügung stehen, dass die Heizstäbe und die Kühlplatten auf anderen als den in dieser Norm bereits genannten Temperaturen gehalten werden können. Es sollten Mittel für ein Ausheizen des Vakuumsystems zur Reinigung bei schwerer Verunreinigung vorgesehen sein.

Maße in Millimeter



Legende

- | | | | |
|---|-----------------|---|-------------------|
| 1 | Kühlplatte | 4 | Separatorplatte |
| 2 | Kollektorplatte | 5 | Heizstab |
| 3 | Pumpenöffnung | 6 | Probekörperkammer |

Bild 1 — Mikrogerät für kondensierbare flüchtige Stoffe (Mikro-VCV-Gerät)

5 Durchführung der Prüfung

5.1 Einleitung

Die Bilder 2 und 3 dienen als Richtlinie für die Durchführung der Prüfungen. Der Prüfverlauf ist in einem Flussdiagramm (Bild 3) ausgeführt und in 5.2 detaillierter beschrieben.

5.2 Prüfverfahren für die allgemeine Anwendung im Raumfahrzeug

5.2.1 Reinigung von Schalen und Kollektorplatten

Die Probekörperschalen und Kollektorplatten sind mit einem geeigneten Lösungsmittel zu reinigen.

5.2.2 Konditionierung von Schalen und Kollektorplatten

Die Probekörperschalen sind mindestens 24 h in einer Umgebung von $(22 \pm 3)^\circ\text{C}$ bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von $(55 \pm 10)\%$ zu konditionieren. Die Kollektorplatten sind mindestens 16 h in einem Vakuumtrockenschrank bei einem Druck von weniger als 1 Pa und einer Mindesttemperatur von 125°C auszuheizen. Nach dem Ausheizen sind sie mindestens 24 h in einem Exsikkator mit Silicagel zu konditionieren. Es muss übliche Praxis während einer Prüfung sein, drei Probekörper von jedem Material, drei leere Probekörperschalen und drei Kollektorplatten zu behandeln. Die drei auf die leeren Schalen weisenden Kollektorplatten wirken als Blindplatten, so dass die Sauberkeit der Einrichtung überprüft werden kann. Bei den Berechnungen des tatsächlichen Masseverlusts sind Korrekturen auf der Grundlage der Blindplatten zu berücksichtigen.

5.2.3 Konditionierung der Proben

Probekörper des Materials sind nach 4.2 vorzubereiten und mindestens 24 h bei einer Temperatur von $(22 \pm 3)^\circ\text{C}$ und einer relativen Luftfeuchtigkeit von $(55 \pm 10)\%$ zu konditionieren.

5.2.4 Wägen von Proben

Die vorgewogenen Probekörperschalen sind mit 100 mg bis 300 mg Probekörper (Substrat nicht eingerechnet) zu füllen und mit einer Mikrowaage (siehe 4.4.1 c), die sich in einem Raum mit einer Temperatur von $(22 \pm 3)^\circ\text{C}$ und einer relativen Luftfeuchtigkeit von $(55 \pm 10)\%$ befindet, kurz vor dem Einbringen in das Prüfsystem zu wägen.

5.2.5 Wägen der Kollektorplatten

Die Kollektorplatten sind unmittelbar vor dem Einbringen in das Prüfsystem zu wägen, wozu sie nacheinander aus dem Exsikkator genommen werden.

5.2.6 Einbringen in das Prüfsystem

Die Probekörperschalen, Blindschalen, Blindkollektoren, zwei verchromte und ein infrarot-transparenter Kollektor oder drei verchromte Kollektoren je Material sind in das Prüfsystem einzubringen.

5.2.7 Auspumpen und Aufheizen

Das Auspumpen des Prüfsystems ist als Standardverfahren durchzuführen; der(die) Heizstab(stäbe) sind innerhalb einer Stunde bei 10^{-3} Pa auf 125°C zu bringen, und die Kühlplatte(n) sind auf 25°C zu regeln. Diese Temperaturen sind ab Erreichen der Temperatur des(der) Heizstabs(stäbe) von 125°C 24 h beizubehalten.

5.2.8 Prüfende

Nach einer Einwirkzeit von 24 h sind die Heizer auszuschalten, und das System ist auf 1×10^4 Pa bis 2×10^4 Pa mit trockenem Stickstoff oder Edelgas zu belüften; es ist bis zum Ende der Prüfung zu kühlen.

5.2.9 Gaszufuhr

Wenn die Temperatur des(der) Heizstabs(stäbe) auf 50 °C abgefallen ist, wozu 90 min bis 120 min aufgewendet werden müssen, ist bis zum Erreichen des Normaldrucks trockener Stickstoff oder ein Edelgas einzuleiten.

5.2.10 Entleeren des Systems

Das System ist so bald wie möglich zu entleeren; die Probekörperschalen sind nicht länger als 30 min und die Kollektorplatten etwa eine Stunde in einem Exsikkator aufzubewahren. Die Probekörperschalen und Kollektorplatten sind zu wägen, wozu sie nacheinander aus dem Exsikkator herausgenommen und sofort nach dem Wägen wieder zurückgegeben werden.

5.2.11 Lagerung der Kollektorplatten

Die Probekörperschalen mit den Materialproben sind dann 24 h in einem Raum mit einer Umgebungstemperatur von $(22 \pm 3) ^\circ\text{C}$ und einer relativen Luftfeuchtigkeit von $(55 \pm 10) \%$ zu lagern und erneut zu wägen.

5.2.12 Infrarotanalysen

Die infrarot-transparenten Kollektorplatten sind im Transmissionszustand mit dem Infrarot-Spektrometer geeigneter Empfindlichkeit zu untersuchen, so dass ein IR-Spektrum der kondensierten Verunreinigungen erhalten werden kann (siehe auch 5.2.14).

In besonderen Fällen können die Standard-Metallkollektorplatten mit Infrarot-Reflexionsverfahren analysiert werden, es kann jedoch mit diesem Verfahren keine quantitative Aussage erwartet werden. Die Verunreinigungen können auch von den Metallkollektorplatten abgewaschen werden, und die Waschflüssigkeit kann für weitere Analysen verwendet werden.

5.2.13 Reinigung des Systems

Sollten bei der vorangegangenen Prüfung die Blindkollektoren eine Masseerhöhung $>30 \mu\text{g}$ aufgewiesen haben, ist(sind) nach jeder Prüfung der(die) Heizstab(stäbe), die Kondenserplatte(n) und die Abschirmung(en) des Geräts gründlich mit einem geeigneten flüchtigen Lösemittel zu reinigen und bei 150 °C auszuheizen.

ANMERKUNG Es ist gute Praxis, das System einmal in vier Monaten auszuheizen.

5.2.14 Verbesserung der Empfindlichkeit der CVCM-Messungen

Wenn die Anforderungen an das Ausgasen von CVCM (siehe 7.2) schärfer sind als die Normnachweisgrenzen, darf eine Quarz-Mikrowaage als vierte Kollektorplatte verwendet werden. Die Daten der Infrarot-Transmission (siehe 5.2.12) können auch für äquivalente Massenbestimmungen verwendet werden, da nach dem Lambert-Beer-Gesetz die Intensitäten der Infrarot-Absorptionsbänder von der Masse der Verunreinigungen abhängen.

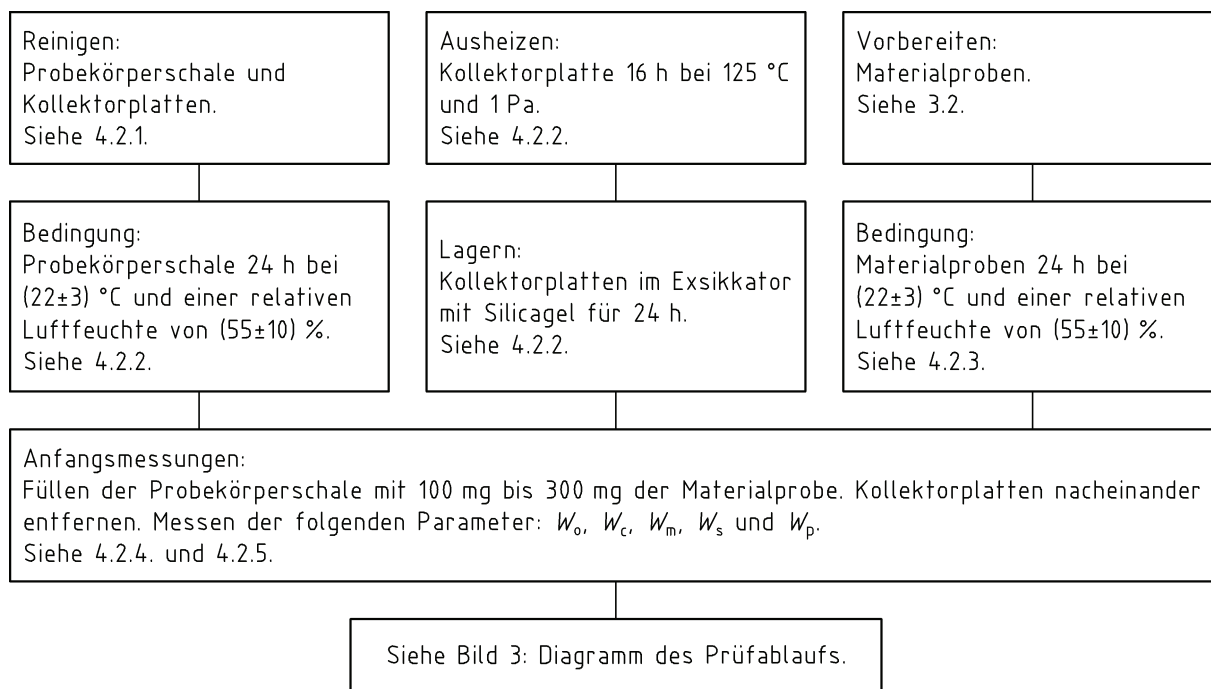


Bild 2 — Flussdiagramm für die Vorbereitung und die Anfangsmessungen

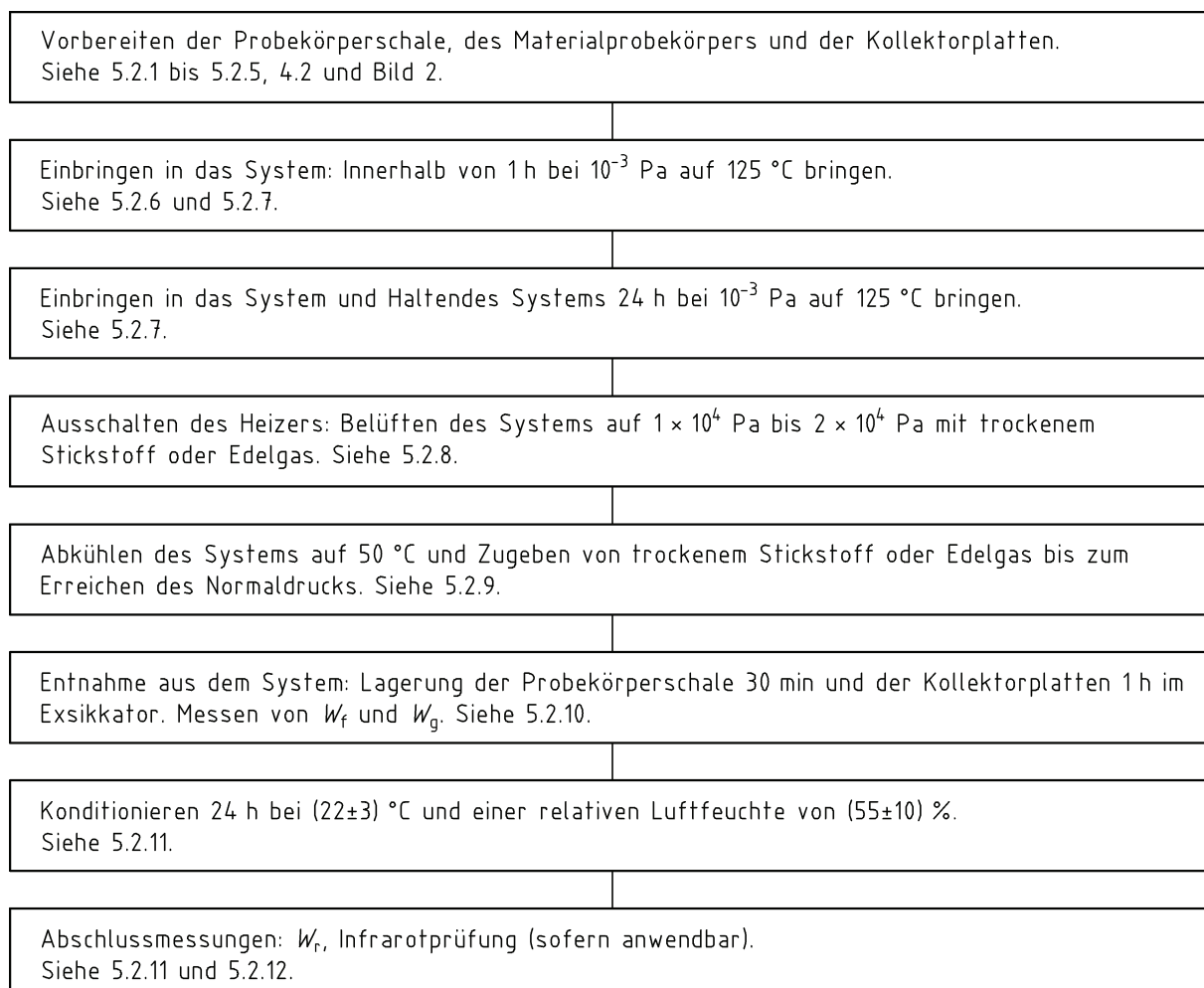
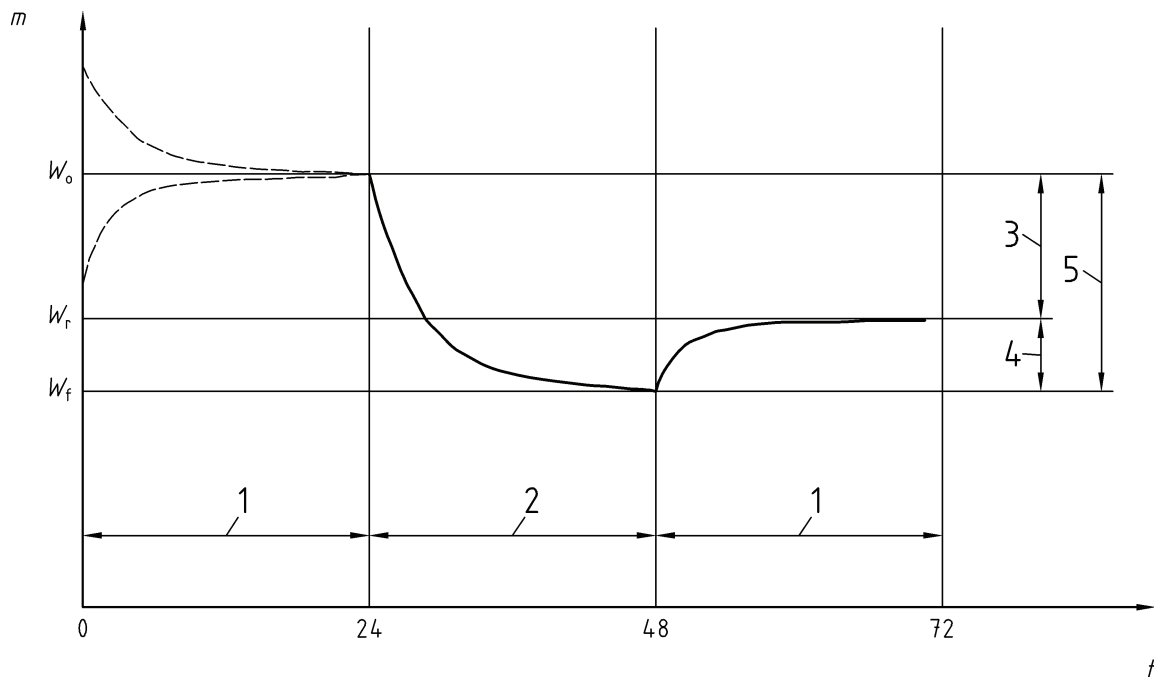


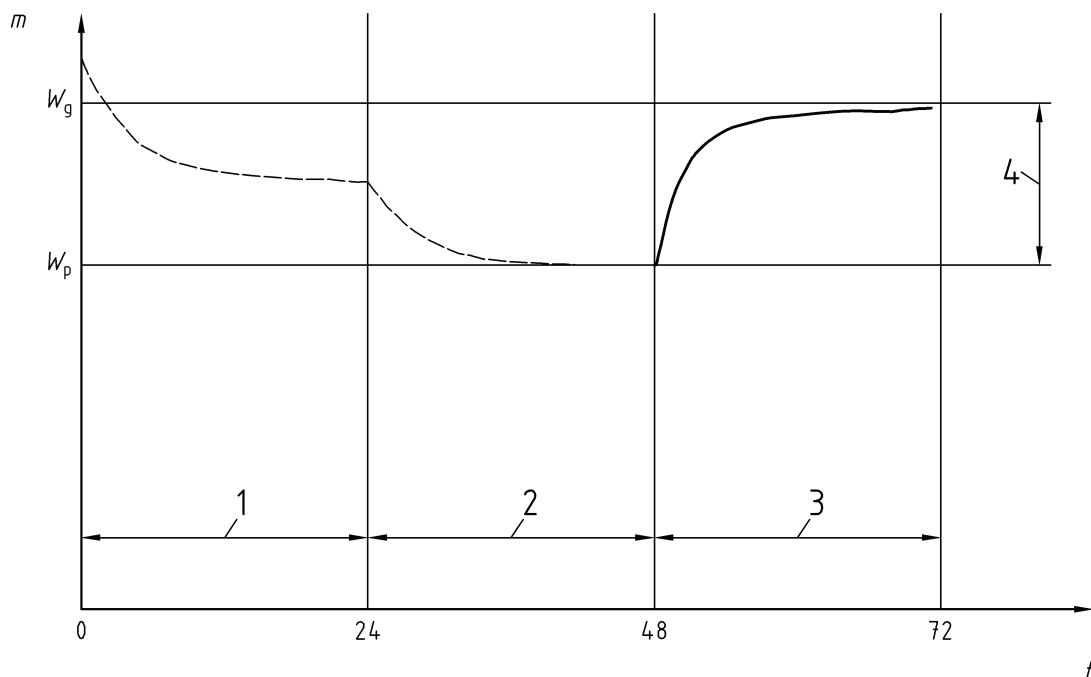
Bild 3 — Flussdiagramm des Prüfablaufs



Legende

- m Masse der Probe
- t Zeit (Stunden)
- 1 Konditionierung: $(22 \pm 3)^\circ\text{C}$ bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von $(55 \pm 10)\%$
- 2 Ausgasungstest: 24 h bei 125°C ; Vakuum $\leq 10^{-3}$ Pa
- 3 Masseverlust ohne Wasser (RML)
- 4 Wasserdampfaufnahme (WVR)
- 5 Gesamtmasseverlust (TML)

Bild 4 — Parameter für die Probe



Legende

m Masse des Kollektors

t Zeit (Stunden)

1 Ausheizen: Temperatur > 125 °C; Zeit ≥ 16 h; Vakuum ≤ 10⁻³ Pa

2 Konditionieren: RT im Exsikkator; Relative Luftfeuchtigkeit 0 %; Zeit ≥ 24 h

3 Ausgasungstest: 24 h bei 125 °C; Vakuum ≤ 10⁻³ Pa; Kollektor 25 °C

4 gesammelte kondensierbare flüchtige Stoffe (CVCM)

Bild 5 — Parameter für die Kollektorplatte

6 Darstellung der Prüfdaten

Alle beim Ausgasungstest erzielten Daten sind von der Prüfanstalt in ein Formular einzutragen, das als Mikro-VCM-Arbeitsblatt bezeichnet wird. Tabelle A.2 führt ein Beispiel für ein solches Blatt aus.

Die Ergebnisse sind von der Prüfanstalt in einem Formular als Mikro-VCM-Datenblatt anzugeben. Tabelle A.3 führt ein Beispiel für ein solches Blatt aus. Es muss wenigstens eine eindeutige Probenidentifikation, Materialidentifikation, den Hersteller, eine Zusammenfassung der Prozessparameter und die Prüfergebnisse umfassen. Es sollte auch auf die einschlägige Materialidentifikationskarte verweisen (siehe Tabelle A.1).

Die Ausgasungsdaten sind für übliche Prüfungen bis 0,01 % angegeben, und für Prüfungen mit erhöhter Empfindlichkeit können diese Werte eine Größenordnung geringer sein.