



中华人民共和国国家标准

GB/T 44226—2024

空间材料科学实验 实验样品安瓿设计与封装规范

Space material science experiment—
Specification for design and encapsulation of experiment sample ampoules

2024-07-24 发布

2024-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 样品安瓿结构	1
5 样品安瓿设计要求	2
6 样品安瓿封装要求	2
6.1 样品安瓿封装流程	2
6.2 封装材料	2
6.3 样品及安瓿零配件准备	3
6.4 样品安瓿的组装	5
6.5 样品安瓿的封装	6
6.6 夹头的安装	6
6.7 外套管的安装	6
7 设计验证	7
8 检验	7
8.1 样品安瓿封装前的检验	7
8.2 样品安瓿封装过程检验	7
8.3 夹头、外套管安装过程检验	7
9 封装过程记录和状态确认	7
附录 A (资料性) 封装过程记录和状态确认表	8

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国科学院提出。

本文件由全国空间科学及其应用标准化技术委员会(SAC/TC 312)归口。

本文件起草单位：中国科学院金属研究所、中国科学院物理研究所、中国科学院上海硅酸盐研究所。

本文件主要起草人：罗兴宏、潘明祥、刘学超、李洋、王彬彬、潘秀红。



引 言

制定本文件的目的是为了规范空间材料科学实验样品安瓿的设计与封装,指导参试人员设计并加工满足科学实验目标与工程化要求的实验样品安瓿,保障空间实验安全、高效运行。

本文件的发布机构提请注意,声明符合本文件时,可能涉及到第 4 章与通用型样品安瓿相关的专利的使用。

本文件的发布机构对于该专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本文件的发布机构承诺,他愿意同任何申请人在合理且无歧视的条款和条件下,就专利授权许可进行谈判。该专利持有人的声明已在本文件的发布机构备案。相关信息可以通过以下联系方式获得:

专利持有人姓名:中国科学院金属研究所;

地址:辽宁省沈阳市沈河区文化路 72 号。

请注意除上述专利外,本文件的某些内容仍可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

空间材料科学实验 实验样品安瓿设计与封装规范

1 范围

本文件规定了空间材料科学实验样品安瓿的设计与封装要求,描述了设计验证、检验、封装过程记录 and 状态确认的方法。

本文件适用于在空间实验平台(含舱内与舱外)或者星球表面等空间环境利用多功能高温炉开展的空间材料科学实验样品安瓿的设计与封装。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 30114.1 空间科学及其应用术语 第1部分:基础通用
- GB/T 30114.7 空间科学及其应用术语 第7部分:微重力科学
- GB/T 32527 空间材料科学实验装置 多功能高温炉设计规范
- GB/T 37469 空间材料科学实验 样品管理规范
- GB/T 37844 空间材料科学实验 固体实验样品制备规范

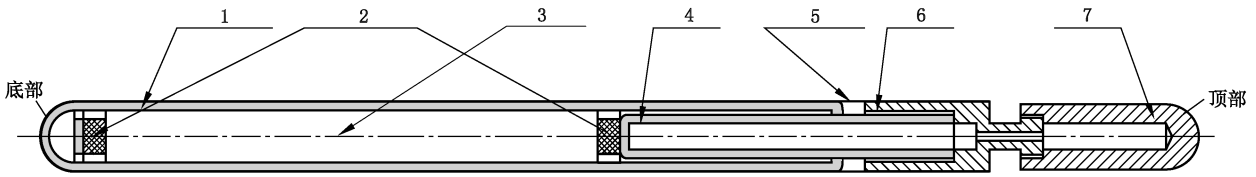
3 术语和定义

GB/T 30114.1、GB/T 30114.7、GB/T 32527、GB/T 37469 和 GB/T 37844 界定的术语和定义适用于本文件。

4 样品安瓿结构

样品安瓿由石英安瓿、夹头和外套管组成,其结构示意图见图1。

- a) 石英安瓿:由石英外管与石英顶管烧制而成,内部为真空或封闭状态,用于放置样品及配套坍塌、减振垫等组部件。石英外管底部一般采用半球形设计,顶部石英顶管连接夹头,见图1。
- b) 夹头:用于夹持样品安瓿在材料实验装置料仓与炉膛间运动、人工更换样品安瓿及样品安瓿标识。一般由金属材料加工而成,可采用单体或多体组合形式,夹头与石英顶管间一般可采用高温胶连接。
- c) 外套管:外套管为安全保护设计,一方面,加强样品安瓿抗力学环境性能;另一方面,在样品安瓿意外破损时可起到保护实验装置炉膛不受损伤的作用。外套管一般可采用耐高温及抗氧化的金属合金,如不锈钢或镍基合金材质,与夹头之间以合适方式,如点焊,固定连接。



标引序号说明：

- 1——石英外管；
- 2——减振垫；
- 3——样品区；
- 4——石英顶管；
- 5——外套管；
- 6——夹头连接处；
- 7——夹头。

图 1 样品安瓿结构示意图

5 样品安瓿设计要求

样品安瓿设计要求如下：

- a) 应符合科学实验目标要求、与实验装置间的匹配性要求、实验热环境要求和抗力学环境要求；
- b) 样品安瓿外包络尺寸应根据实验装置对样品安瓿的技术要求设计；
- c) 应根据科学实验目标、空间实验技术条件、实验样品特性及实验方式对样品安瓿进行详细设计，绘制设计图并编制样品安瓿设计文件、加工与封装工艺文件以及检验规范，并通过评审。

6 样品安瓿封装要求

6.1 样品安瓿封装流程

样品安瓿封装流程如图 2 所示。

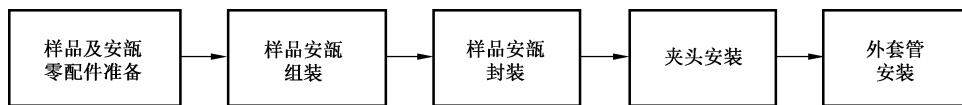


图 2 样品安瓿封装流程图

6.2 封装材料

封装材料要求如下：

- a) 应无毒、无害；
- b) 应具有较高的物理与化学稳定性、抗热冲击和抗力学环境性能；
- c) 相互间应具有物理相容性，如热膨胀性能匹配；
- d) 加热过程中应无气体释放；
- e) 不应与材料样品发生化学反应；
- f) 经检验应达到设计和工艺指标要求。

6.3 样品及安瓿零配件准备

6.3.1 样品的准备

样品的准备与管理按 GB/T 37469 和 GB/T 37844 的规定执行。

应根据项目研究目标、研究方案及实验样品质量管理大纲选定、准备原材料,制备材料样品,并按照编制的样品安瓿结构设计文件加工与准备实验样品。

将加工好的样品进行表面清洁和干燥处理,编号并妥善保存。

6.3.2 坩埚的准备

根据样品安瓿设计文件、加工与封装工艺文件加工坩埚(或样品支架),具体如下:

- a) 坩埚材料应具有良好的抗热震性能,宜具有较好的导热性能、较小的热容以及较小的热膨胀系数;
- b) 对于无坩埚或坩埚外径与石英外管内径尺寸差别较大的样品应提供支架以使样品能在样品安瓿中固定安放;
- c) 对于需要充气或形状、结构特殊,或采用石英坩埚的样品,宜在封装前先行密封;
- d) 坩埚(或样品支架)最大长度不应超过图 1 所示样品区长度;为提高样品安瓿抗振性能,最大外径应在适量扣除热膨胀量的基础上与石英外管内径间保持尽可能小的间隙($<0.1\text{ mm}$)以形成间隙配合,同时应在配合面上适当设置气体通道;
- e) 将准备好的坩埚进行表面清洁和脱水、脱气处理,编号并妥善保存。

6.3.3 石英管的准备

6.3.3.1 样品安瓿用石英管质量

石英管基本要求如下。

- a) 标称外径与壁厚符合以下要求。
 - 1) 一般情况下石英管外径应等于或稍大于样品安瓿设计要求,壁厚最小不小于 1.5 mm ,可随外径增大而适当增厚。
 - 2) 当石英管外径稍大于样品安瓿设计要求时,可将石英管在专用玻璃磨床上打磨至外径符合设计要求。当需加外套管时,其外径应与外套管内径相同并具有负公差。
 - 3) 打磨后的石英管剩余壁厚应不小于 1.5 mm 。打磨过的石英管表面应使用高温火焰抛光以提高其光洁度并消除微划痕。抛光后应在强光下对石英管表面进行目视观察确认表面无划痕。
- b) 杂质元素总含量应不超过 30×10^{-6} 。
- c) 应无气线、裂纹、划痕等缺陷。
- d) 从 $1\ 000\text{ }^{\circ}\text{C}$ 空冷至室温应无裂纹、缺口和崩落。
- e) 应可耐受 8 MPa 以上内压。

6.3.3.2 石英外管的加工

根据实际需要加工石英外管。两种典型形式如下:

- a) 前抽式石英外管:如图 3 所示,在石英外管底部的圆弧端预留一个抽嘴,用于样品安瓿封装前抽真空;
- b) 后抽式石英外管:如图 4 所示,在圆弧端不留抽嘴,抽真空在石英顶管尾部进行。

两种形式的外管均可在圆弧端与直管过渡截面处加工一个厚度不小于 2 mm 的平台,如图 5 所

示,并在平台适当位置加工直径不小于 2 mm 的通气孔,用于封装时样品的定位以及抽真空。将加工好的石英外管编号,测量并记录其内外径尺寸。

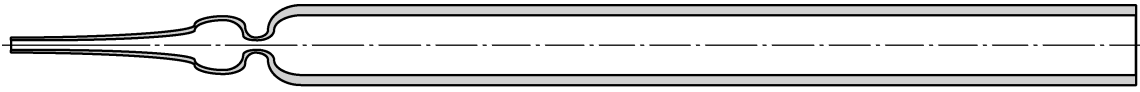


图 3 前抽式石英外管示意图

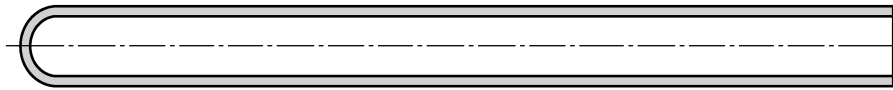
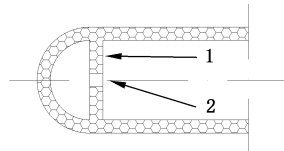


图 4 后抽式石英外管示意图



标引序号说明:

- 1——平台;
- 2——通气孔。

图 5 石英外管头部定位平台示意图

6.3.3.3 石英顶管的加工

石英顶管宜选用标称直径比石英外管内径略小(两者之差一般不超过 2 mm),壁厚 2 mm 的石英管。其采购与质量控制要求与石英外管相同。将石英顶管的一端加工成平底盲管,并使其外径适量扩大 1 mm~2 mm,便于装配时使石英顶管中心轴线与石英外管轴线重合。对于后抽式样品安瓿,应在石英顶管靠近平底顶头一端侧面距平底约 5 mm~15 mm 的范围内预制直径不小于 2 mm 的通气孔用于抽真空。

6.3.3.4 石英管的清洗

对预制的石英外管与石英顶管应进行如下清洗。

- a) 进行脱脂处理,用脱脂剂去除石英管表面油污,再用纯水洗净。
- b) 将石英管放入 5%~10%氢氟酸中浸泡:
 - 1) 打磨后用于抛光的石英管浸泡 5 min~10 min;
 - 2) 打磨后需进行扩管的石英管浸泡 30 min~60 min。
- c) 用纯净水反复冲洗 1 min 以上,确保管面无残留酸后进行干燥处理。

6.3.4 夹头的准备

夹头按照实验装置样品夹持机构技术要求进行设计与加工,具体如下。

- a) 可选用钛合金、铝合金和不锈钢等材料进行加工。
- b) 夹头表面宜采用多道环形沟槽设计,可用作样品安瓿的色环标识。
- c) 夹头表面粗糙度应达到或优于 $Ra0.8$,并且无锐边锐角,以减少夹头与相邻部件间的摩擦,并保护操作人员操作时的安全。

- d) 夹头内部采用中空设计,应在夹头适当位置设计排气孔。
- e) 当采用高温胶连接时,夹头与石英顶管连接处宜具有不小于 20 mm 长度的重叠面,以保证连接强度。夹头与石英顶管连接处内径一般比石英顶管外径大 2 mm,外径与外套管内径相同,公差为负。
- f) 应在夹头的适当位置以文字编码和色环等方式进行标识。标识应醒目、易识别且不易污损脱落。可采取一种或多种标识并行的方式进行标识。
- g) 将加工好的夹头组件采用无水乙醇进行超声清洗,并用纯净水冲洗后烘干。

6.3.5 填充与减振材料的准备

选用氮化硼陶瓷、金属箔片、石英或碳纤维毡等作为填充与减振材料,具体如下。

- a) 可选用纯度高于 98% 的热压氮化硼、高纯石墨等作为填充材料,其厚度 2 mm~10 mm,根据样品长度及其在样品安瓿中的位置选用,外径尺寸应与石英管形成间隙配合,并在配合面开适量凹槽,起通气及减少热膨胀量作用。
- b) 可选用厚度为 0.02 mm~0.05 mm 的耐高温金属箔片(如不锈钢箔片、镍或钼箔片)作垫片和填充支撑材料。
- c) 可选用石英或石墨等耐高温纤维毡作为减振材料,用于缓冲坩埚与其相邻组件之间的硬接触。使用纤维毡时可配合使用耐高温金属箔垫片将其与其他部分隔离,防止纤维被研磨粉碎。
- d) 使用前应将垫片表面清理干净,并进行烘烤处理,去除表面吸附气体及可挥发性污染物。

6.3.6 外套管的准备

在对样品安瓿具有高的安全性要求时应使用外套管进行保护,外套管采用耐高温氧化的材料(如不锈钢或镍基合金)加工,具体如下。

- a) 外套管外径按照样品安瓿外包络尺寸设计,内径与样品安瓿外径相同,公差为正,壁厚一般为 0.1 mm。
- b) 要求其表面光滑,在圆柱下端与球冠连接处无尖锐棱角。
- c) 应在其适当位置加工排气孔,便于抽真空时去除残存于石英外管与外套管间隙中的气体。
- d) 为提高热效率,宜在其内表面进行发黑处理。
- e) 应对其外表面进行轻微打磨处理,以去除表面残存物,避免在受热时释放气体。
- f) 将外套管在纯净水中清洗并吹干。

6.4 样品安瓿的组装

6.4.1 组装前的准备

组装前的准备要求如下:

- a) 应根据编制的设计图、相应的技术和工艺文件确定填充与减振材料种类、尺寸及其数量并进行适当处理;
- b) 组装前操作人员应洗净双手,组装过程中双手戴不易掉纤维的洁净手套操作;
- c) 对样品、坩埚、石英管和夹头等进行必要的质量检验,确认其满足技术条件要求并作好记录;
- d) 准备好金属镊子等必要操作工具并清洗干净,准备好脱脂棉、酒精等辅助材料。

6.4.2 组装操作

操作人员按照样品安瓿内部结构设计图,将样品、坩埚(或样品支架)及辅助材料等依据封装工艺文件的规定置于样品安瓿石英外管内部相应位置,然后将石英顶管扩径的一端从石英外管开口端插入并

顶紧。

组装操作时注意如下事项：

- a) 在取放带样品的坩埚时宜同时抓住坩埚的两端，防止端盖及样品脱落；
- b) 当样品、坩埚或支架与石英外管内壁间存在少量缝隙时宜采用耐高温金属箔予以填充。

6.5 样品安瓿的封装

6.5.1 石英外管与石英顶管的烧接

完成组装后，在压紧石英顶管的情况下用火焰将石英外管开口与石英顶管烧接成为一体，要求烧接好的样品安瓿中各部件在用力沿轴向和径向摇晃时应无任何明显松动，并且石英顶管与石英外管两者保持一定的同轴度，目视无明显可见偏心，烧接接头处无明显减薄。最后，前抽式样品安瓿截断石英顶管多余部分，后抽式样品安瓿在石英顶管尾部相应位置烧制真空抽嘴。

6.5.2 封真空

将样品安瓿抽嘴接入真空系统，并将样品安瓿置于管式加热炉膛内，预抽真空到 1 Pa 以下。根据需求将样品安瓿加热到 300 °C~500 °C，并持续抽真空，保持真空度在 1 Pa 以下状态保温 3 h，最后从样品安瓿抽嘴细腰处将样品安瓿烧封。

进行封装操作时，应有研制人员现场跟产。封装好的样品安瓿进行临时标识。

6.6 夹头的安装

夹头与样品安瓿之间采用满足航天质量要求的高温胶粘接方式进行连接。采用粘接方式连接时，按以下步骤进行操作。

- a) 准备好夹头，并按照编码规则标注样品安瓿标识。对于用于地面试验，非正式交付的样品安瓿可用其他方式在夹头上加注醒目和不易擦除的编号和标记。
- b) 准备好定长工装模具，对样品安瓿总长度进行检验，确认符合技术要求。
- c) 准备好外套管，或者内径与样品安瓿外径相同且公差为负的其他套管工装。
- d) 将封装好并经尺寸、质量、外观及摇晃检验合格的样品安瓿插入套管。
- e) 调配好适量的高温胶，并将其竖直灌入夹头灌胶口内。灌胶时需注意如下事项：
 - 1) 应严格控制好灌胶量，确保石英顶管插入夹头后胶面与夹头端口基本平齐而不致溢出，避免灌胶量过大溢出不锈钢夹头并在夹头与套管间形成环状密封的情形；
 - 2) 为确保样品安瓿总长满足尺寸公差要求，可于灌胶前在石英顶管端头夹头内孔底部空隙填充少量氧化铝棉或石英棉来进行调整；
 - 3) 高温胶调配好后应在其规定的有效时间内完成使用操作。
- f) 保持竖直方式将夹头插入套管与石英顶管之间缝隙。
- g) 打胶后的样品安瓿应保持夹头朝下的竖直方式迅速放置于定长工装模具上并将其两端分别与模具两头顶紧。之后继续保持竖直方式将样品安瓿静置 24 h，使胶完全固化。当高温胶完全固化后，取下套管对粘胶部位进行检查，应符合 e)1) 的要求。

6.7 外套管的安装

外套管宜采用点焊的方式与夹头进行安装连接。

粘胶部位检验合格后，对样品安瓿外表再次进行清洁和干燥，然后重新套上不锈钢保护套并在定长工装模具上再次确认长度，在外套管开口处距离边缘约 2 mm~4 mm 处沿圆周方向每隔约 90°角用点焊方式将其与夹头焊接固定。

7 设计验证

完成封装的样品安瓿应进行如下设计验证：

- a) 通过环境模拟试验(如力学、热环境试验)验证样品安瓿环境适应性；
- b) 通过与材料实验装置的匹配试验验证是否满足科学实验目标要求以及与实验装置间的匹配性。

8 检验

8.1 样品安瓿封装前的检验

对所有材料或部组件尺寸和外观质量及各相邻部件的配合间隙等进行复验并形成记录,确认其满足样品安瓿整体和内部技术要求。

石英顶管与石英外管烧接前检验样品安瓿内部各部件的组装顺序、使用量、压紧程度及样品在样品安瓿中的位置,确认其符合设计和工艺文件要求。

8.2 样品安瓿封装过程检验

石英顶管与石英外管烧接后目测检查确认两者同轴,连接处无减薄变形情况;分别沿轴向和径向用力摇晃样品安瓿,确认其内部各部件装配紧密,无松动。

对样品安瓿抽真空过程进行监控,记录抽真空时间和温度以及封真空时的真空度。

封真空后用电火花对样品安瓿进行漏气检验,确认火花呈淡蓝色;用直尺和卡尺分别量取样品安瓿从圆弧顶端至石英顶管末端长度及最大外径,确认其结果满足设计要求。

将封好的样品安瓿进行临时标识并采用扫描或拍照的方式记录其影像。

8.3 夹头、外套管安装过程检验

夹头与样品安瓿连接前用卡尺检验定长工装模具跨距,确认总长度满足设计要求;连接完成后检查连接部位,确认高温胶无溢出及粘连套管现象。

将连接好夹头的样品安瓿在夹头处加注标识并记录其影像。

外套管与夹头安装固定前后量取带外套样品安瓿总长,确认总长度满足设计要求。

称量制备完成的样品安瓿总重量,确认其总质量满足设计要求。

9 封装过程记录和状态确认

应做好样品安瓿封装过程中重要和关键环节的多媒体图像记录,内容包括:样品或样品组合照片、样品安瓿真空封装完成时照片、样品安瓿最终状态照片等。样品安瓿封装过程记录和状态确认表见附录A。

附 录 A

(资料性)

封装过程记录和状态确认表

样品安瓿组装和封装记录表见表 A.1,样品安瓿连接、总装配及关键状态(图片)记录见表 A.2。

表 A.1 样品安瓿组装和封装记录表

基础数据			
课题名称			
样品名称及编号		课题负责人	
样品成分		样品编号	
样品质量		样品尺寸	
石英外管内、外径	外径: (mm)	内径: (mm)	
坩埚材料及外形尺寸	坩埚材料: ,外径: (mm),长度: (mm)		
坩埚底部距离样品安瓿圆弧顶距离			
垫片种类与数量			
减振棉	层厚: (mm),层数:		
样品安瓿组装过程			
样品安瓿石英管是否已清洗	是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>		
坩埚与样品是否经过脱水、脱气处理	是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>		
样品安瓿组件装配是否按设计进行	是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>		
样品安瓿封装过程操作事项			
样品安瓿烧接顶管后是否紧密无松动	是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>		
样品安瓿是否可无间隙顺利通过外套管	是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>		
样品安瓿开始抽真空时间	年 月 日 时 分		
样品安瓿抽真空部位	在样品安瓿圆弧头部抽 <input type="checkbox"/> 在石英顶管尾部抽 <input type="checkbox"/>		
抽真空过程时间及加热温度	(°C) (min), 封装时真空度: (Pa)		
成品检验			
电火花检测颜色			
样品安瓿总长和质量(不含不锈钢外套)	(mm)	(g)	
封装完成的样品安瓿摇晃时是否存在松动	轴向:是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>	径向:是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>	
样品安瓿是否可交付用于装配胶接工序	是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>		
其他记录			
(如存在样品安瓿内部结构松动或其他上述记录未涉及现象请在此简要描述)			
样品安瓿封装人员对上述过程进行确认			
封装人签字		项目组代表签字	
填写日期	年 月 日		

表 A.2 样品安瓿连接、总装配及关键状态(图片)记录

样品安瓿数据	
样品安瓿编号	
样品安瓿长度、外径尺寸、质量	
样品安瓿内部有无明显松动感	是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/> 松动来源:
样品安瓿装配与胶接	
不锈钢夹头是否清洗	是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>
夹头是否清洗	是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>
夹头编号是否与样品安瓿编号一致	是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>
连接用胶型号	
胶接完成后是否既保证足够的粘接面积又不至有胶溢出夹头	是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>
固化时间	年 月 日 时 分至 年 月 日 时 分
外套管点焊	
点焊时间	年 月 日 时 分
点焊部位及个数	
是否存在虚焊	是 <input type="checkbox"/> 否 <input type="checkbox"/>
成品检验	
样品安瓿长度	
样品安瓿直径	
样品安瓿质量	
其他记录	
样品安瓿封装人员对上述过程进行确认	
装配人签字	项目组代表签字
填写日期	年 月 日

