

ООО «НПП ДЕЛЬТА-ПАСТЫ»

ОКП 17 5220

Группа В51

СОГЛАСОВАНО
Главным инженером
ОАО «КУЛОН»
И.А. АСУЛОВ Т.А.
.....2006г.



УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ООО «НПП ДЕЛЬТА-ПАСТЫ»
ОСИПОВ А.В.
.....2006г.



Порошок окиси серебра для керамики

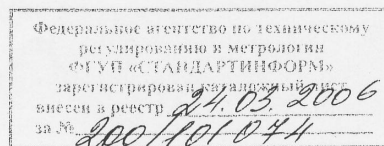
Технические условия

ТУ 1752-013-59839838-2006

(Введены впервые)

Дата введения с 15.03.06

Москва
2006г.



Изм. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подп. и дата

Настоящие технические условия (ТУ) распространяются на мелкодисперсную окись серебра, предназначенную для изготовления паст.

Пример записи при заказе:

окись серебра мелкодисперсная, ТУ 6365-003-40045136-2002.

Перечень ссылок документов приведен в приложении.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие положения

1.1.1. Окись серебра мелкодисперсная должна соответствовать требованиям настоящих технических условий.

1.1.2. Внешний вид – порошок бурого-коричневого цвета.

1.1.3. Содержание серебра в окиси должно быть 89-93% по массе.

1.1.4. Отсутствие ионов OH^- .

1.2. Основные параметры.

1.2.1. Порошок окиси серебра мелкодисперсного должен иметь параметры, указанные в табл. 1

Таблица 1

Наименование параметра	Величина
1. Влажность, % не более	0,3
2. Насыпная масса, г/см	0,5-0,8

1.2.2. Содержание микропримесей в окиси серебра мелкодисперсной не должна превышать величин, указанных в табл.2.

Таблица 2

Наименование микропримесей	Содержание в % по массе, не более
Цинк	$1 \cdot 10^{-2}$
Алюминий	$1 \cdot 10^{-2}$
Железо	$1 \cdot 10^{-2}$
Свинец	$1 \cdot 10^{-3}$
Олово	$1 \cdot 10^{-3}$
Магний	$1 \cdot 10^{-3}$

1.2.3. Срок сохраняемости окиси серебра мелкодисперсной в упаковке, предусмотренной настоящим ТУ-12 месяцев со дня изготовления.

1.3. Упаковка. Маркировка.

1.3.1. Упаковка окиси серебра мелкодисперсной должна соответствовать ОСТ 11 0402-87 с дополнениями и уточнениями, приведенными в данных ТУ.

1.3.2. Порошок окиси серебра мелкодисперсной должен быть упакован в пакеты из двойной полиэтиленовой пленки Мс, полотно 0,060 x 1400, первый сорт ГОСТ 10354-82. Пакет с порошком должен быть герметизирован двумя сварными швами на электроприборе ОКБ- 8082 "Молния".

1.3.3. На каждый пакет с порошком должна быть помещена этикетка, на которой должно быть указано:

наименование предприятия изготовителя;

наименование и обозначение материала;

обозначение ТУ;

номер партии;

масса нетто, г;

месяц и год изготовления.

1.3.4. Пакеты с порошком должны быть уложены во второй (потребительский) пакет из двойной полиэтиленовой пленки Мс, полотно 0,060 х 1400, первый сорт, ГОСТ 10354-82, который должен быть герметизирован двумя сварными швами на электроприборе ОКБ-8082 "Молния" или аналогичном. Пакет заворачивают в мешочную бумагу по ГОСТ 2228-81Е, перевязывают шнуром крученым льнопеньковым по ГОСТ 5107-70 и пломбируют.

1.3.5. На завернутый в бумагу пакет должна быть наклеена этикетка, на которой должно быть указано:

- наименование предприятия изготовителя;
- наименование и обозначение материала;
- обозначение ТУ;
- номер партии;
- номер места;
- содержание серебра, % масс.;
- масса нетто, г;
- масса брутто, г;
- месяц и год изготовления.

1.3.6. В потребительский пакет должен быть вложен паспорт, в котором должно быть указано:

- Товарный знак предприятия-изготовителя;
- Наименование и марка материала;
- Химическая формула;
- Содержание серебра, %;
- Отсутствие ионов ОН;
- Влажность, %;
- Насыпная масса, г/см³;
- Содержание микропримесей, % по массе не более;
- Цинка ;
- Алюминия;
- Железа;
- Свинца;
- Олова;
- Магния;
- Материал соответствует ТУ 6365-003-40045136-2002;
- Номер партии;
- Масса нетто, г.;
- Масса брутто,г;
- Год и месяц изготовления;
- Гарантийный срок хранения, мес.;
- Штамп СКК;

Допускается вложение паспорта в заваренный полиэтиленовый пакет, который должен быть закреплен на бумажном пакете полиэтиленовой лентой с липким слоем по ГОСТ 20477-86.

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Общие положения

2.1.1. Правила приемки порошка окиси серебра мелкодисперсного должны соответствовать ОСТ 11 0520-88 с дополнениями и уточнениями, приведенными в данном разделе.

2.1.2. Для контроля соответствия порошка окиси серебра мелкодисперсного требованиям настоящих ТУ должны быть проведены квалификационные (К), приемно-сдаточные (С), периодические (П)-испытания упаковки, на сохраняемость (Сх) испытания.

2.2. Квалификационные испытания

2.2.1. Квалификационные испытания проводятся с целью проверки отработанности технологического процесса, оценки готовности производства к серийному выпуску порошка в заданном объеме и проверки соответствия их требованиям технических условий.

2.2.2. Квалификационные испытания проводит комиссия по приемке установочной партии, назначаемая в установленном порядке.

2.2.3. Результаты квалификационных испытаний считают удовлетворительными, если получены положительные результаты по всем группам испытания.

2.3. Приемно-сдаточные испытания

2.3.1. Порошок окиси серебра мелкодисперсного выпускается партиями до 5000 г. Партией считается количество готовой продукции, полученной из нескольких технологических процессов одной и той же партии исходного сырья.

2.3.2. Каждая партия порошка окиси серебра мелкодисперсного должна быть проверена ОТК предприятия-изготовителя на соответствие п.п.1.1.2., 1.1.3., 1.1.4., 1.2.1.

2.3.3. При получении отрицательного результата по п.1.1.2.-партию браковать.

2.3.4. При получении отрицательного результата по п.1.1.3. проводят повторный контроль этого параметра путем отбора новой пробы для проведения анализа.

2.3.5. При получении отрицательного результата по п.1.1.4. партия порошка возвращается на дополнительную отмывку с последующим контролем на соответствие требованиям данных ТУ по п.п.1.1.3., 1.1.4..

2.3.6. Соответствие порошка по п.1.1.2. гарантируется предприятием-изготовителем. Контроль проводится по специальному требованию заказчика.

2.3.7. При получении отрицательного результата по табл.1 п.1 проводят подсушивание порошка при температуре 80-100°C до влажности 0,1%.

2.3.8. При получении отрицательного результата по табл.1 п.2 проводят повторный контроль этого параметра путем отбора новой пробы для проведения анализа. При получении повторного отрицательного результата допускается смешение партии с низким и высоким значениями насыпной плотности с последующим контролем.

2.4. Испытание на сохраняемость

2.4.1. На испытание на сохраняемость закладывают в первый год серийного производства одну упаковку от партии, прошедшую приемно-сдаточные испытания по п.п.1.1.2.-1.1.4., 1.2.1., 1.2.2. и упакованную по п.1.3.

2.4.2. Окись серебра мелкодисперсную считают выдержавшей испытания на сохраняемость, если по истечении 12 месяцев хранения в условиях, оговоренных в п.4.2., она удовлетворяет требованиям п.п.1.1.2.-1.1.4., 1.2.1., 1.2.2. настоящих ТУ.

2.5. Испытания упаковки

2.5.1. Испытания упаковки несоответствие ОСТ 11 0402-87 проводят в составе квалификационных испытаний и периодических (один раз в год), а также при изменении конструкции или технологии изготовления тары. Для испытания берут одну упаковку продукции. Упаковку продукции считают выдержавшей испытания, если при визуальном осмотре не обнаружено механических повреждений упаков-

ки, ухудшающих ее защитные свойства, а продукт соответствует требованиям, установленным в настоящих ТУ.

2.5.2. Упаковку испытывают на воздействие климатических факторов и на прочность в соответствии с ОСТ 11 0402-87. При отрицательных результатах испытаний разрабатывают меры по улучшению качества упаковки.

3 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

3.1. Отбор проб

3.1.1. Отбор средней пробы осуществляют при строгом соблюдении всех мер предосторожности против загрязнения и потерь порошка.

3.1.2. Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 3885-73, в присутствии представителя СКК.

3.1.3. Подготовленную пробу массой 15 г. упаковывают в стеклянную банку.

3.1.4. К пробе приклеивают сопроводительный лист, в котором указывают:

Цех-заказчика;

Наименование материала;

Краткая характеристика материала;

Определяемые параметры;

Номер пробы, г.;

Дата отбора пробы;

Подпись начальника участка.

3.2. Контроль внешнего вида

3.2.1. Контроль внешнего вида мелкодисперсного серебра производят визуально.

3.3. Определение содержания серебра в мелкодисперсном порошке окиси серебра

3.3.1. Определение серебра в мелкодисперсном порошке проводят объемным методом, который основан на образовании серебра с аммонием роданистым труднорастворимой соли белого цвета AgCNS .

Первая лишняя капля раствора аммония роданистого реагирует с железоаммонийными квасцами, образуя роданит железа, по цвету которого и определяют конец титрования.

3.3.2. Для определения содержания серебра применяют:

Воду дистиллированную, ГОСТ 6709-72;

Квасцы железоаммонийные, ТУ6-09-5359-87 (3 г. железоаммонийных квасцов и 2 мл серной кислоты в 100 мл. воды)

Кислоту азотную, ГОСТ 4461-77 (1:1);

Серебро азотнокислое, 0,1н (фиксанал), ТУ6-09-2540-87;

Аммоний роданистый 0,1н (фиксанал), ТУ6-09-2540-87;

Аммоний роданистый, хч СТ СЭВ 222-75;

Колбу КН-2-250-34ТС, ГОСТ 25336-82.

3.3.3. Навеску мелкодисперсного порошка окиси серебра 0,15-0,20 г. взвешивают с точностью 0,0001 г. растворяют в 20-30 мл. и кипятят до удаления окислов азота, затем смывают стенку колбы 30-45 мл. дистиллированной воды, не содержащей хлора, охлаждают, прибавляют 5 мл. раствора железоаммонийных квасцов и титруют 0,1н раствором аммония роданистого до первого изменения окраски (слабо-красный цвет), сильно взбалтывают раствор, и, если окраска исчезает, при-

бавляют еще по каплям титрованный раствор аммония роданистого до появления устойчивой окраски.

Содержание серебра (X) в процентах по массе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{T \cdot V \cdot 100}{G} \quad (1)$$

где Т-титр 0,1н раствора аммония роданистого по серебру, 0,01079 г/мл;

V-объем 0,1н раствора аммония роданистого, израсходованный на титрование, мл;

G-масса, г.;

Коэффициент вариации 0,3%.

3.4. Определение отсутствия ионов OH^-

3.4.1. Навеску порошка окиси серебра в 1 г. поместить в стакан вместимостью 100мл.

Залить навеску теплой водой ГОСТ 6709-72, тщательно перемешать, дать отстояться осадку. Раствор над осадком проверить индикаторной бумагой, ТУ6-09-3404-78, pH раствора над осадком должен быть равен 7.

3.5. Определение влажности

3.5.1. Определение влажности порошка основано на высушивании навески до постоянной массы при температуре 105-110°C.

3.5.2. Для определения влажности порошков применяют;

Шкаф сушильный тип ВШ-005 на 200°C;

Стаканчик СВ-14/8, ГОСТ 25336-82;

Стеклянные покровные 80x100, ГОСТ 6672-75;

Весы лабораторные аналитические ВЛА-200г-М.

3.5.3. Навеску порошка (1-2 г) помещают в стеклянный бюкс и сушат при температуре 105-110°C в сушильном шкафу до постоянной массы. Взвешивают с точностью до 1 мг. Расчет проводят по формуле:

$$\% \text{ влаги} = \frac{a - b}{a} \cdot 100, \quad (2)$$

где а -первоначальная масса порошка, г ;

b –окончательная масса порошка, г.

3.6. Определение насыпной массы

3.6.1. Определение насыпной массы порошка основано на заполнении точного объема свободно падающим мелкодисперсным порошком.

3.6.2. Для определения насыпной массы применяют:

Штатив Ш-1-8, ГОСТ 10197-70;

Цилиндр 1-67-335, ГОСТ 18481-81;

Воронку В-56-8а ХС, ГОСТ25336-82;

Весы аналитические ВЛА 200 г-М.

3.6.3. Определение насыпной массы порошков производят с помощью штатива, на котором укреплена воронка. Под воронкой на расстоянии 20 мм. Помещают цилиндрический сосуд определенного объема. Мелкодисперсный порошок небольшими порциями через воронку насыпают в цилиндрический сосуд. При этом необходимо следить за равномерным заполнением сосуда. Порошок должен заполнять сосуд с некоторым избытком.

Излишек порошка срезают листом бумаги так, чтобы порошок был на одном уровне с краями сосуда. Затем цилиндрический сосуд взвешивают до 0,01 г. насыпную массу определяют по формуле:

$$\rho = \frac{a}{V} \quad (3)$$

где ρ - насыпная масса, г/см³;

a - масса порошка, г;

V - объем сосуда в см³.

За насыпную массу данного порошка принимают среднее арифметическое из пяти определений.

3.7. Определение микропримесей

3.7.1. Настоящая методика предназначена для определения цинка, алюминия, висмута, марганца, железа., свинца, никеля, хрома, олова, магния, титана в порошке мелкодисперсной окиси серебра.

3.7.2. Определение элементов примесей проводят спектральным методом добавок, испаряя пробу с добавками из кратера графитового электрода в дуге постоянного тока. Предел обнаружения составляет $1,10^{-3}$ - $1,10^{-5}$ % по массе.

Коэффициент вариации 25-30% для всех определяемых элементов.

3.7.3. Для спектрального определения примесей в порошке мелкодисперсной окиси серебра применяют:

Спектрограф кварцевый (ИСП-30);

Микрофотометр ИФО-460 или микрофотометр регистрирующий ИФО-451;

Источник постоянного тока напряжением 220 В, сила тока до 20 А;

Станок для заточки графитовых электродов фирмы «Hilger» Англия;

Весы торсионные ВТ-500, Т64-1-990-81;

Пластины фотографические СП-1 9х12, ТУ6-17-704-82;

Порошок графитовый осч 7-4 для спектрального анализа тип1 и 2,

ТУ48-20-108-87;

Проявитель № 1 и фиксаж, приготовленные по ГОСТ 10691.2-84;

Ступка и пестик Д 60;

Бокс из оргстекла 9БП1-ОС;

Натрий хлористый для спектрального анализа, ТУ6-09-1252-76;

Окислы анализируемых элементов марки чда для приготовления контрольных образцов, используемых в качестве добавок к пробам.

3.7.4. Контрольные образцы готовят на основе чистого графитового порошка.

Для приготовления головного контрольного образца навески окислов определяемых элементов (в пересчете на металл) смешивают с навеской графитового порошка. Контрольные образцы с меньшим содержанием примесей готовят из головного методом последовательного разбавления (см. табл.1). Смешивание проводят в боксе с добавлением 5 мл. спирта на 1 г. приготовленного контрольного образца Состав используемых образцов приведен (см. табл.2).

Таблица 2

Номер контрольного образца	Концентрации определяемых элементов, % по массе		
	Марганец	Цинк	Al, Bi, Fe, Pb, Ni, Cr, Sn, Mg, Ti
0			
1	0,0002	0,002	0,0004
2	0,002	0,02	0,004
3	0,02	0,2	0,04

Примечание. При приготовлении рабочих контрольных образцов в них вводят 10% хлористого натрия.

3.7.5. Навески пробы 40 мг разбавляют графитовым порошком в десять раз перемешиванием в агатовой ступке в боксе из органического стекла. Из приготовленной смеси берут навески по 100 мг и смешивают с навесками (100 мг) приготовленных контрольных образцов. Перемешивание проводят в боксе в порядке возрастания концентраций.

Из приготовленных смесей берут навески по 50 мг (три параллельных) и помещают их в кратеры графитовых электродов (глубина 4,5 мм, диаметр 3,5 мм).

Подставной электрод графитовый стержень диаметром 6 мм, заточенный на усеченный на усеченный конус с закруглением. Испарение и возбуждение смеси проводят в дуге постоянного тока силой 12 А. Съемку спектров проводят на спектрографе ИСП-30 при ширине щели спектрографа 0,015 мм и расстоянии между электродами 2,5 мм. Экспозиция 60 с. Электрод со смесью - анод. На фотопластинку фотографируют по три сектора каждой смеси. На промежуточной линзе трехлинзовой конденсорной системы спектрографа устанавливают диафрагму «5,0». Фотопластинку проявляют, фиксируют, промывают и высушивают. Фотометрирование линии и близлежащего фона проводят на микрофотометре ИФО-460. Длина волны и пределы обнаружения определяемых элементов приведены в табл.3.

Таблица 3

Определяемые элементы	Длина волн в нм	Предел обнаружения, %
Цинк	334,5	$1,10^{-3}$
Алюминий	309,2	$1,10^{-4}$
Висмут	306,7	$1,10^{-4}$
Марганец	279,9	$1,10^{-5}$
Железо	302,0	$2,10^{-4}$
Свинец	283,3	$1,10^{-4}$
Никель	305,0	$1,10^{-4}$
Хром	284,3	$1,10^{-4}$
Олово	286,3	$1,10^{-4}$
Магний	280,2	$1,10^{-4}$
Титан	308,8	$1,10^{-4}$

3.7.6. Содержание неизвестной концентрации находят по формуле:

$$\frac{\Delta S_j}{C} = \lg[1 + K(C_x + C_{доб})] \quad (4)$$

где $C = 10 C_x$;

ΔS - разность почернений в аналитической линии и фона в единицах логарифмической шкалы микрофотометра;

j -контрастность фотопластинки;

K - постоянная для данной пластики и элемента величина, выражающая прирост почернения на единицу концентрации;

C_x -неизвестная концентрация в % по массе;

$C_{доб}$ -концентрация вводимой добавки, % по массе.

3.7.7. Учет холостого опыта проводить нецелесообразно, так как на основании статистических данных содержащие элементы (Mg, Fe, Al) в холостой пробе составляет $2 \cdot 10^{-5}\%$, что значительно ниже уровня содержания их в анализируемой пробе.

Коэффициент вариации для всех определяемых элементов составляет 25-30%.

3.8. Срок хранения

- 3.8.1. Испытания на сохраняемость проводят методом длительного хранения.
- 3.8.2. Испытания проводят по истечению срока хранения в объеме приемо-сдаточных испытаний на пробе, отобранной в соответствии с п. 3.1.
- 3.9. Испытания упаковки на воздействие климатических факторов
- 3.9.1. Испытание упаковки на воздействие климатических факторов проводят в камере тепла и влаги 12КТВ-04-011 и в камере тепла и холода 12КТХ-0,063-016. Температура окружающей среды от минус 40°С до +40°С.
- 3.9.2. Упаковку помещают в камеру тепла и холода с температурой минус 40°С и выдерживают в течение 2 ч. Упаковку вынимают из камеры и выдерживают при комнатной температуре 1 ч.
- 3.9.3. Упаковку помещают в камеру тепла и холода с температурой + 40°С и выдерживают в течение 2 ч. Упаковку вынимают из камеры и выдерживают при комнатной температуре 1 ч.
- 3.9.4. Повторить п.п.3.11.2., 3.11.3. три раза.
- 3.9.5. Упаковку помещают в камеру тепла и влаги и выдерживают в течение суток при температуре + 25°С и относительной влажности 100%.
- 3.10. Контроль упаковки на прочность
- 3.10.1. Контроль упаковки на прочность проводят методом транспортирования на автомобиле в соответствии с ОСТ 11 0402-87.
- 3.10.2. Упаковку (транспортную тару) помещают в переднюю часть кузова автомобиля так, чтобы исключить перемещения.
- 3.10.3. Упаковку считают выдержавшей испытания, если при визуальном осмотре не обнаружено механических повреждений, ухудшающих её защитные свойства.
- 3.11. При контроле параметров необходимо соблюдать «Правила техники безопасности и производственной санитарии в электронной промышленности».

4. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

- 4.1. Окись серебра мелкодисперсная в упаковке предприятия-изготовителя транспортируется любым видом транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта, требованиями ОСТ 11 0402-87, а также в соответствии с «Инструкцией о порядке учета драгоценных металлов и драгоценных камней на предприятии и в организациях министерства электронной промышленности».
- 4.2. Окись серебра мелкодисперсная в упаковке предприятия-изготовителя должна храниться в закрытых сухих складских помещениях при температуре окружающей среды от минус 40°С до + 40°С и отсутствии в атмосфере помещения кислотных и других агрессивных паров.

5. УКАЗАНИЯ ПО ПРИМЕНЕНИЮ

- 5.1. Конкретные условия использования окиси серебра мелкодисперсной определяются областью её применения.
- 5.2. Перед использованием рекомендуется привести просев всего порошка, содержащегося в банке, через сито с ячейкой 200-400 мкм.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие окиси серебра мелкодисперсной требованиям настоящих ТУ при соблюдении условий применения, транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения – 12 месяцев со дня изготовления.

6.3. Изготовитель гарантирует, в течение гарантийного срока, замену всей партии окиси серебра мелкодисперсной в случае несоответствия её характеристик требованиям настоящих ТУ.