

УТВЕРЖДАЮ
Директор ЗАО "Элма-Пасты"
Шориков Ю.С.
" ____ " _____ 1997 г

ПОРОШКИ ПАЛЛАДИЯ
Технические условия ЭПО.035.004 ТУ

Зам. директора по производству

_____ **Горбунов С.В.**

**Зам. директора по новой технике
и контролю качества**

_____ **Кутузов М.К.**

Настоящие технические условия распространяются на порошки палладия (далее порошки), предназначенные для изготовления паст для толстопленочных элементов в дискретном исполнении и в составе ГИС (марки ПП-1 и ПП-2) и паст для монолитных керамических конденсаторов (марка ПП-3) и для других целей.

Пример условного обозначения при заказе:

порошок ПП-1 ЭПО.035.004ТУ,
где ПП - порошок палладия,
1 - марка 1.

Перечень ссылочных документов приведен в приложении 1.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие положения.

1.1.1. Порошки должны соответствовать требованиям настоящих технических условий.

1.1.2. Порошки выпускаются следующих марок: ПП-1, ПП-2 и ПП-3.

1.2. Основные параметры

1.2.1. Параметры порошков должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование параметра	Значение параметра		
	ПП-1	ПП-2	ПП-3
1. Внешний вид	порошок от темно-серого до черного цвета	порошок от темно-серого до черного цвета	порошок серого цвета
2.Насыпная плотность, г/см.куб.	0,3 — 0,7	0,4 — 1,0	0,8 — 1,3
3.Удельная поверхность по газопроницаемости, см.кв./г	11000-16000	7500 — 12000	1800 — 3500
4. Содержание палладия , % масс.не менее	98,0	98,0	98,5

Примечание. Гарантированные справочные параметры приведены в приложении 2.

1.2.2.Срок сохраняемости порошков в упаковке изготовителя 12 месяцев со дня изготовления.

1.3. Упаковка и маркировка

1.3.1. Упаковка порошков должна соответствовать требованиям ОСТ 11 0402-87 с дополнениями и уточнениями, приведенными в данных ТУ.

1.3.2. Порошки должны быть упакованы в банки БВ-150-40-ОС1, БВ-250-40-ОС1, БВ-500-63-ОС1, БВ-1000-63-ОС1 по ОСТ 64-2-71-80.

Крышка в месте соединения с банкой должна быть заклеена лентой полиэтиленовой с липким слоем 0,080x30,Н, первый сорт ГОСТ 20477-86. Допускается упаковка порошков в пакеты из двойной полиэтиленовой пленки Мс, полотно 0,060 х 1400, первый сорт ГОСТ 10354-82. Пакет с порошком должен быть герметизирован двумя сварными швами на электроприборе ОКБ-8082 "Молния".

1.3.3. На каждую банку с порошком должна быть помещена этикетка, на которой должно быть указано:

товарный знак предприятия изготовителя;
наименование и обозначение материала;
обозначение ТУ;
номер партии;
масса нетто, г;
масса брутто, г;
месяц и год изготовления.

1.3.4. Банки с порошком должны быть уложены в тару потребительскую ЕТМ.4.189.005 с ячейками по диаметру банок. Пространство между стенками банок и ячейками должно быть уплотнено пенополиуретаном марки 38-0,8А ТУ 6-55- 44-90.

Потребительская тара пломбируется.

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 бумагу, перевязывают шпагатом и пломбируют.

1.3.5. На тару потребительскую ЕТМ4.189.005 или завернутый в бумагу пакет должна быть наклеена этикетка по п.1.3.3. без указания массы брутто.

1.3.6. В тару потребительскую должен быть вложен паспорт, в котором должно быть указано:

товарный знак предприятия- изготовителя;
наименование и обозначение материала;
содержание палладия, % масс.;;
удельная поверхность, см.кв./г,
насыпная плотность, г/см.куб;
материал соответствует ЭПО.035.004ТУ,
месяц и год изготовления;
срок хранения
штамп и подпись представителя службы контроля качества..

1.3.7. Потребительская тара должна быть уложена в ящики 35 из древесины ГОСТ 22638-89, выстланные внутри полиэтиленовой пленкой М или Н, полотном, 0,050 х 1400, ГОСТ 10354-82. Пустоты между тарой должны

быть заполнены обрезками пенополиуретана марки 35-0,8А ТУ 6-55-44-90 или другим мягким упаковочным материалом.

Примечание: По согласованию с потребителем допускается поставка порошков в таре по п.1.3.4. - 1.3.6.

В ящик со стороны крышки должна быть вложена упаковочная ведомость, содержащая следующие данные:

- товарный знак предприятия-изготовителя;
- наименование и условное обозначение продукции;
- номер партии;
- количество единиц потребительской тары;
- количество материала в каждой единице потребительской тары;
- общее количество в транспортной таре;
- год и месяц изготовления;

1.3.8. При отправке продукции в один адрес в нескольких единицах транспортной тары должна быть составлена сводная ведомость и помещена в ящик №1; все ящики должны быть пронумерованы. В сводной ведомости указывают количество ящиков и общее количество продукции в этой партии груза

1.3.9. На торцевой стороне транспортной тары должны быть нанесены следующие надписи и изображения манипуляционных знаков по ГОСТ 14192-77 и ГОСТ 19438-88:

- товарный знак предприятия-изготовителя;
- пункт назначения;
- масса брутто ящика;
- изображения манипуляционных знаков:
ВЕРХ, ХРУПКОЕ, ОСТОРОЖНО, БЕРЕЧЬ ОТ ВЛАГИ.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Порошки палладия являются негорючим и не взрывоопасным материалом.

2.2. Преимущественное агрегатное состояние в воздухе производственных помещений - аэрозоль.

2.3. Производственные и лабораторные помещения, в которых производятся работы с порошками, должны быть оснащены приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.012-83, обеспечивающей состояние воздушной среды в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-76.

2.4. Индивидуальные рабочие места для работы с порошками должны располагаться в вытяжном шкафу и должны быть оснащены поддонами. При рассыпании порошков их необходимо полностью собрать (сметанием в емкость) и передать в места складирования палладия.

2.5. К работе с порошками допускаются лица, не моложе 18 лет, прошедшие предварительный медицинский осмотр и получившие вводный инструктаж на рабочем месте по требованиям безопасности. Работающие с порошками должны проходить периодический медицинский осмотр.

2.6. При работе с порошком необходимо пользоваться специальной одеждой и обувью, а для предохранения органов дыхания - индивидуальными противопылевыми защитными средствами типа ШБ-1 "Лепесток" в

соответствии с правилами, утвержденными в установленном порядке. Для предотвращения попадания порошков на кожу рук необходимо пользоваться резиновыми перчатками.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Общие положения.

3.1.1. Правила приемки порошков должны соответствовать ОСТ 11 0520-88 с дополнениями и уточнениями, приведенными в данном разделе.

3.1.2. Для контроля соответствия порошков требованиям настоящих ТУ должны проводиться приемо-сдаточные (С), периодические (П) испытания упаковки и испытания на сохраняемость.

3.1.3. Состав испытаний, деление состава испытаний на группы и последовательность испытаний в пределах каждой группы в соответствии с таблицами состава испытаний (приложения 3,4,5).

3.2. Приемо-сдаточные испытания.

3.2.1. Порошки выпускаются партиями до 15кг. Партией считают количество продукта, полученного в результате одного технологического процесса, или тщательно перемешанную смесь однородных по качеству порошков от нескольких технологических процессов. Партия сопровождается одним документом о качестве.

3.2.2. Приемо-сдаточные испытания проводятся на средней пробе, отбираемой от каждой партии. Правила отбора средней пробы изложены в разделе 4.1.

3.2.3. Состав и последовательность испытаний устанавливаются согласно таблице состава приемо-сдаточных испытаний (приложение 4).

3.2.4. Результаты приемо-сдаточных испытаний считают положительными, если получены положительные результаты по всем группам С-1 испытаний.

3.2.5. При получении отрицательного результата по п.1. таблицы 1 партию бракуют.

3.2.6. При получении отрицательного результата по пп.2-4 таблицы 1 проводят повторный контроль параметров путем отбора новой пробы для проведения анализа. При получении повторных отрицательных результатов по пп.1-4 таблицы 1 партия бракуется.

3.3. Испытания на сохраняемость.

3.3.1. Проверку порошка на сохраняемость проводят в первый год серийного производства по п.4.7 настоящих ТУ.

3.3.2. Порошки считают выдержавшими испытания на сохраняемость, если они соответствуют требованиям настоящих ТУ по пп.2-4 таблицы 1.

3.4. Испытания упаковки.

3.4.1. Испытания упаковки на соответствие ОСТ 11 0402-87 проводят в составе периодических испытаний (один раз в три года), а также при изменении конструкции или технологии изготовления тары. Для испытаний берут одну упаковку продукции.

3.4.2. Упаковку считают выдержавшей испытания, если она удовлетворяет требованиям ОСТ 11 0402-87 и настоящих ТУ. При отрицательных результатах разрабатываются мероприятия по улучшению качества упаковки.

4. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ.

4.1. Отбор проб.

4.1.1. Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 3885-73 из одной упаковки при числе единиц упаковки в партии, равном одному, из двух упаковок при числе единиц упаковки в партии, равном 2-10 или из трех упаковок при числе единиц упаковок в партии более 10.

4.1.2. Среднюю пробу получают путем отбора единичных проб массой по 50г, отобранных шпателем 2 ГОСТ 9147-80 из любого места потребительской тары при строгом соблюдении всех мер предосторожности против загрязнения порошка и его потерь. Все отобранные единичные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают и получают объединенную пробу. Из объединенной пробы отбирают среднюю пробу массой не менее 50г. Оставшееся количество порошка возвращают в годную продукцию.

4.1.3. Среднюю пробу упаковывают в банку СБ по ОСТ 6-15-345-81. К пробе должен быть написан сопроводительный лист, в котором должно быть ука- зано:

- наименование и обозначение материала;
- определяемые параметры;
- номер партии;
- дата отбора пробы;
- подпись начальника участка.

4.2. Контроль внешнего вида.

4.2.1. Контроль внешнего вида порошка проводят визуально.

4.3. Определение насыпной плотности

4.3.1. Для определения насыпной плотности применяют:

-приспособление для определения насыпной плотности порошка со стаканом вместимостью 5 см.куб.

-весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01г.

4.3.2. Взвешивают пустой стакан с погрешностью не более +/-0,01 г.

4.3.2. Порошок засыпают в воронку небольшими порциями с помощью шпателя. При этом необходимо следить за равномерным заполнением стакана.

4.3.3. После заполнения стакана с помощью шпателя снимают (срезают) излишки порошка, выступающие за верхний край стакана.

4.3.4. Стакан с порошком взвешивают с погрешностью не более +/- 0,01 г.

4.3.5. Вычисляют навеску порошка, занимающую объем 5 см.куб.

4.3.5. Насыпную плотность d (г/см.куб.) рассчитывают по формуле:

$$d = \frac{m}{5},$$

где m - навеска порошка, занимающая объем 5 см.куб.

4.3.6. За результат определения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

4.3.7 Расхождение двух параллельных определений не должно превышать 0,05 г/см.куб.

4.4. Определение удельной поверхности по газопроницаемости.

4.4.1. Удельную поверхность порошка определяют по приложению 6.

4.5. Определение содержания палладия

4.5.1. Определение содержания палладия проводят по аттестату ЕТО.035.335.

4.7. Определение срока сохраняемости порошка.

4.7.1. Определение срока сохраняемости порошка проводят путем длительного хранения порошка, упакованного по п.1.3.2., в условиях по п.5.2.

4.7.2. По истечении 12 месяцев производят контроль порошка на соответствие требованиям настоящих ТУ.

4.7.3. Для уточнения действительного срока сохраняемости порошка допускается продолжение испытаний за пределы установленного срока хранения.

Контроль параметров проводят через 6 месяцев, отбирая пробы каждый раз от новой упаковки.

4.8. Контроль упаковки на прочность.

4.8.1. Контроль упаковки на прочность проводят методом транспортирования на автомобиле в соответствии с ОСТ 11 0402-87.

4.8.2. Упаковку (транспортную тару) помещают в переднюю часть кузова автомобиля так, чтобы исключить перемещения.

4.8.3. Упаковку считают выдержавшей испытания, если при визуальном осмотре не обнаружено механических повреждений, ухудшающих ее защитные свойства.

4.8.4. При контроле параметров необходимо соблюдение " Правил техники безопасности и производственной санитарии в электронной промышленности "

5. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ.

5.1. Порошки в упаковке предприятия-изготовителя транспортируются различными видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта а также в соответствии с "Инструкцией о порядке получения, расходования, учета и хранения драгоценных металлов и драгоценных камней на предприятиях, в учреждениях и организациях " Минис- терства финансов Российской Федерации от 4.08.1992г.

5.2. Порошки в упаковке предприятия-изготовителя должны храниться в закрытых складских помещениях при температуре окружающей среды от 0 до плюс 40 гр.С и отсутствии в атмосфере помещения кислотных и других агрессивных паров.

6. УКАЗАНИЯ ПО ПРИМЕНЕНИЮ.

6.1. Конкретные условия использования порошков определяются областью их применения.

7. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ.

7.1. Изготовитель гарантирует соответствие порошков требованиям настоящих ТУ при соблюдении условий транспортирования и хранения.

7.2. Гарантийный срок хранения - 12 месяцев со дня изготовления.

7.3. По истечении гарантийного срока хранения перед использованием порошки должны быть проверены на соответствие требованиям настоящих

технических условий, в случае соответствия техническим требованиям, могут быть использованы потребителем по назначению в течении 3 месяцев с момента проверки. При дальнейшем хранении контроль на соответствие требованиям настоящих ТУ проводят каждые три месяца.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
(обязательное)

ПЕРЕЧЕНЬ ССЫЛОЧНЫХ ДОКУМЕНТОВ

Обозначение	Лист
ОСТ 110402-87	3,6
ОСТ 64-2-71-80	3
ГОСТ 20477-86	3
ГОСТ 10354-82	3
ЕТМ.189.00	3
ТУ 6-55-44-90	3
ЕТМ.4.189.005	3
ГОСТ 14192-77	4
ГОСТ 19438-88	4
ГОСТ 12.4.012- 83	4
ГОСТ 12.1.005-76	4
ОСТ 11 0520-88	5
ОСТ 11 0402-87	5
ГОСТ 3885-73	5
ГОСТ 9147-80	5
ОСТ 6-15 345-81	6

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
(обязательное)

СПРАВОЧНЫЕ ГАРАНТИРОВАННЫЕ ПАРАМЕТРЫ ПОРОШКОВ
ПАЛЛАДИЯ

Наименование параметра	Значение параметра		
	ПП-1	ПП-2	ПП-3
1. Удельная поверхность по БЭТ, м.кв./г	3 — 6	2 — 5	—
2. Распределение частиц по размерам, мкм			
10%	≤4,0	≤7,5	≤20
50%	≤2,0	≤3,0	≤7
90%	≤1,3	≤2,0	≤5,0
3. Содержание микропримесей, %масс, не более:			
цинк	0,05	0,05	0,05
медь	0,005	0,005	0,005
алюминий	0,01	0,01	0,01
железо	0,05	0,05	0,05
свинец	0,005	0,005	0,005
олово	0,001	0,001	0,001
магний	0,008	0,008	0,008

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ТАБЛИЦА СОСТАВА ИСПЫТАНИЙ

Наименование параметра	Категория испытаний	
	Приемо-сдаточные	Периодические
1. Внешний вид	+	
2. Насыпная плотность	+	
3. Удельная поверхность по газопроницаемости	+	
4. Содержание палладия	+	
5. Испытания упаковки на прочность		+

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

ТАБЛИЦА СОСТАВА ПРИЕМО-СДАТОЧНЫХ ИСПЫТАНИЙ

Группа испытаний	Вид и последовательность испытаний	Технические требования (пункты ТУ)	Методы испытаний (пункты ТУ)
С-1	1. Внешний вид	п.1 Таблица 1	4.2
	2. Насыпная плотность	п.2 Таблица 1	4.3
	3. Удельная поверхность по газопроницаемости	п.3 Таблица !	4.4
	4. Содержание палладия	п.4 Таблица 1	4.5

ПРИЛОЖЕНИЕ 5

ТАБЛИЦА СОСТАВА ПЕРИОДИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ

Группа испытаний	Вид и последовательность испытаний	Технические требования (пункты ТУ)	Методы испытаний (пункты ТУ)
П-1	Испытания упаковки на прочность	3.4	4.8

ПРИЛОЖЕНИЕ 6

МЕТОДИКА КОНТРОЛЯ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ПОРОШКОВ

Настоящая методика предназначена для определения удельной поверхности поверхности порошков палладия по их газопроницаемости способом Козени и Кармана. Способ основан на измерении скорости прохождения постоянного количества воздуха через слой порошка при атмосферном давлении. Гарантированный диапазон измерений 500 - 50000 см. кв./г. Поправка на температуру воздуха учитывается автоматически в диапазоне 15-35 град. С.

1. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

- 1.1. Для проведения измерений применяют:
- прибор ПСХ-8 с комплектом оснастки;
 - весы электронные "Сарториус" тип 1419 с погрешностью взвешивания не более 0,01 г;
 - бумагу фильтровальную ФО-С ГОСТ 12026-77.

2. ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

- 2.1. Включают прибор в сеть и дают прогреться 15-20 минут.
- 2.2. Из фильтровальной бумаги с помощью пробойника вырезают 2 фильтра- вкладыша.
- 2.3. Проверяют герметичность измерительной системы следующим образом.

Измерительную кювету без плунжера плотно закрывают резиновой пробкой, надевают на штуцер кюветы шланг насоса и нажимают на кнопку "/-/" на клавиатуре микрокалькулятора.

Систему считают герметичной, если в течение 5 минут не наблюдается заметного изменения уровня жидкости в манометре.

- 2.4. Проверяют совпадение нулевых делений нониуса и миллиметровой шкалы на кювете с двумя бумажными фильтрами.

Для этого в кювету с двумя фильтрами опускают плунжер и, придерживая головку плунжера, сдвигают нониус по шкале до тех пор, пока выдвигающаяся штанга не упрется в головку. После этого нулевые отметки основной шкалы и нониуса должны совпадать. Если деления не совпадают, положение основной шкалы относительно кюветы можно подрегулировать, ослабив фиксирующие винты.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

- 3.1. Закрывают перфорированное дно кюветы одним фильтром.
- 3.2. В кювету помещают навеску образца.

Примечание. Рекомендуемая навеска образца — 20,04 г. Допускается уменьшение навески для порошков с низкой насыпной плотностью.

3.3. Подравнивают поверхность порошка в кювете, постукивая ее дном по столу, и закрывают порошок вторым фильтром.

3.4. Опускают в кювету плунжер и с силой нажимают на его головку двумя руками, максимально уплотняя столбик порошка.

3.5. Удерживая плунжер в достигнутом положении одной рукой, поворачивают кювету шкалой вверх и смещают нониус по шкале вправо до тех пор, пока выдвигающаяся штанга упрется в головку плунжера. В этом положении определяют высоту столба порошка с точностью до 0,1 мм и записывают эту величину.

3.6. Удаляют из кюветы плунжер, подсоединяют к штуцеру кюветы шланг насоса и нажимают кнопку “/-/” на клавиатуре микрокалькулятора. Прибор автоматически регистрирует время прохождения уровня жидкости в манометре между двумя отметками, после чего раздается звуковой сигнал. Записывают величину времени, отображенную на экране микрокалькулятора.

3.7. Аналогично нажимая кнопку “/-/”, определяют время прохождения еще 4 раза и записывают полученные результаты.

3.8. Кювету отсоединяют от шланга насоса, удаляют из нее порошок и фильтры, протирают внутренние стенки от следов порошка.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1. Рассчитывают с точностью до 0,1 мм величину $L=I/n$, где I - высота столба порошка, определенная по п.3.5, n - отношение фактической навески к теоретической, составляющей 10/3 от плотности палладия. Плотность палладия и теоретическая навеска составляют 12,02 г/см.куб. и 40,07 г соответственно.

4.2. С помощью таблицы определяют параметр M , соответствующий данной величине L .

Примечание. В таблице приведены значения L с интервалами в 0,5 мм. Для промежуточных величин L значения M находят с помощью линейной интерполяции.

4.3. Рассчитывают среднее время прохождения жидкости в манометре между отметками, исходя из значений, найденных по пп. 3.6-3.7. При этом наименьшее и наибольшее из значений отбрасывают.

4.4. Рассчитывают удельную поверхность порошка $S_{уд}$ в см.кв./г по формуле:

$$S_{уд} = \frac{(n)^{1/2} \times K_a \times M \times (t_{cp})^{1/2}}{P},$$

где K_a - константа прибора, указанная в его паспорте,

M - параметр, учитывающий объемные факторы, найденный по п.4.2,

t_{cp} - среднее время, найденное по п.4.3., в децисекундах,

P - навеска порошка, г,

n - отношение фактической навески к теоретической.

4.5. За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух измерений на разных пробах образца.

4.6. Допустимое расхождение двух параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должно превышать 100 см.кв./г.

5.ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. При выполнении работ на приборе ПСХ-8 возможны следующие виды опасности:

электроопасность;

пожароопасность.

5.2. Для предотвращения электро- и пожароопасности следует регулярно проверять целостность изоляции проводов электропитания и корпуса прибора ПСХ-8 и электронных весов, наличие защитного заземления.