УДК 621.892 : 661.718.5

Группа Л 93

Зарегистрировано в ВНФС

"____" _____ 197_ г.

за №_____

Ес

СМАЗКА К-21 АНТИАДГЕЗИОННАЯ
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ
ТУ 6-02-909-79
(взамен ТУ 6-02-909-74)

Срок действия с "1" 11 1979 г.

до "01" 11 1984 г.

ВЦСПС

Секретарь ЦК профсоюза рабочих химической и нефтехимической промышленности

Письмом № СС-004-30 Г.Ф.Сухорученкова

01.02.80

1978

gost.e-ecolog.ru

Настоящие технические условия распространяются на смазку К-21 антиадгезионную.

Смазка К-21 применяется для обработки поверхности металлических пресс-форм с целью обеспечения их разъема при прессовании изделий из полимерных материалов на основе эпоксидных и кремнийорганических смол, содержащих амино-группы.

Смазка К-21 представляет собой продукт сополимеризации метилтрихлорсилана с диметилдихлорсиланом.

Текучесть смазки К-21 определяется входящим в ее состав толуолом.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Смазка К-21 антиадгезионная изготовляется согласно технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

I.I. Основные свойства

По физико-химическим показателям смазка К-21 должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
I. Внешний вид	Прозрачная жидкость от бесцветного до желтого цвета. Допускается опалесценция	По ГОСТ 20841.I-75 и по п.4.2. настоящих ТУ
2. Массовая доля нелетучих веществ, %	85±3	По ГОСТ I7537-72 и по п.4.3. настоящих ТУ

Инв. № подл. | Подпись и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подпись и дата

Продолжение

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
3. pH неводного раствора	6,0-7,0	По ГОСТ 20841.4-75
4. Время желатинизации, мин, не более	120	По п.4.4. настоящих ТУ

Примечание. Смазка К-21 применяется в виде 5% раствора в бензине

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Токсичность смазки К-21 определяется токсичностью входящего в ее состав толуола.

2.2. Толуол в высоких концентрациях действует на организм наркотически, а также может вызвать изменение в крови и раздражение слизистых оболочек.

По степени воздействия на организм относится к веществам умеренно опасным (3 класс опасности).

2.3. Предельно -допустимая концентрация паров толуола в воздухе рабочей зоны не должна превышать 50 мг/м^3.

Взрывоопасные концентрации в смеси с воздухом толуола 1,3-6,7%.

Температура самовоспламенения толуола - 536°С

Температура вспышки толуола - 4°С

Температурные пределы воспламенения

нижний - 0°С
верхний - 30°С

Содержание паров толуола в воздухе определяют колориметрическим методом по техническим условиям № 5 "Методи определения вредных веществ в воздухе", утвержденным зам. главного санитарного врача от 29.12.65 за № 581-65.

2.4. Все работы, связанные с применением смазки К-21 должны проводиться в помещениях, оборудованных приточно-вытяжной вентиляцией, местной вытяжной вентиляцией в местах наибольшего выделения растворителей, аварийной вентиляцией с соблюдением мер предосторожности, необходимых при работах со взрывоопасными и легковоспламеняющимися веществами.

2.5. В условиях производства и применения продукта необходимо соблюдать требования, изложенные в "Санитарных правилах организации технологических процессов и гигиенических требований к производственному оборудованию" № 1042-73, а также требования правил пожарной безопасности и промышленной санитарии, изложенные в разделе 9 "Основные правила безопасного ведения процесса" технологического регламента, утвержденного в установленном порядке.

2.6. Средствами индивидуальной защиты являются: халат х/б., очки, резиновые или диэлектрические перчатки.

В аварийных случаях - фильтрующий противогаз с коробкой марки БКФ.

2.7. Средствами пожаротушения являются тонкораспыленная вода, химическая пена, песок, углекислотные огнетушители.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Приемку смазки К-21 производят по ГОСТ 9980-75.

3.2. Каждую партию смазки К-21 должны подвергать приемо сдаточным испытаниям по всем показателям настоящих технических условий.

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Отбор проб производят по ГОСТ 9980-75.

4.2. Внешний вид смазки определяют по ГОСТ 20841.1-75.

Смазку, помещую в цилиндр, оставляют в покое в течение одного часа.

4.3. Массовую долю нелетучих веществ определяют по ГОСТ 17537-72, термостатирование при 120 ± 2^{0}С в течение 10 мин.

4.4. Определение времени желатинизации.

4.4.1. Применяемые аппаратура и приборы:

прибор для определения времени желатинизации представляет собой диск диаметром 225 мм из нержавеющей стали с шестью гнездами диаметром 21 мм и глубиной 5 мм, равномерно расположенными по окружности диаметром 85 мм.

В центре диска (полимеризационной плитки) имеются два специальных гнезда для установки контрольного и электроконтактного термометров;

палочка стеклянная с оплавленными концами диаметром 2-3 мм;
секундомер по ГОСТ 5072-72;
автотрансформатор типа ЛАТР-1М или другого типа;
термометр ртутный стеклянный лабораторный по ГОСТ 215-73;
термометр стеклянный ртутный электроконтактный по ГОСТ 9871-75.

4.4.2. Подготовка к испытанию

Полимеризационную плитку помещают горизонтально на электронагревательный прибор, который включают в электросеть через автотрансформатор, и регулируя напряжение, устанавливают в рабочих гнездах полимеризационной плитки температуру 200 ± 3^{0}С.

4.4.3. Проведение испытания

$1.0 \pm 0,1$ г испытуемой смазки помещают в гнезда нагретой полимеризационной плитки, включают секундомер и непрерывно перемешивают стеклянной палочкой до образования геля. Температура в гнезде полимеризационной плитки 200 ± 3^{0}С.

Время, прошедшее с момента помещения смазки в гнездо полимеризационной плитки до момента образования геля (полная потеря

Инв. № подл. | Подпись и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подпись и дата

пластичности), принимают за время желатинизации.

За результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 10 с.

Для очистки плитки рекомендуется применять парафин, который наносят тонким слоем на горячую поверхность. Затем снимают его вместе с остатками смазки латунным скребком, после чего плитку протирают чистой тканью.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковку смазки К-21 производят по ГОСТ 9980-75 в тару, отмеченную в таблицах 3 и 4 для группы 3 "Кремнийорганические лаки" и в бидоны металлические по ГОСТ 20882-75.

5.2. Маркировку потребительской тары производят по ГОСТ 9980-75, маркировку транспортной тары производят по ГОСТ 14192-77.

5.3. Транспортирование и хранение смазки К-21 производят по ГОСТ 9980-75.

Смазка должна храниться при температуре от 5 до 30°С

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие выпускаемого продукта требованиям настоящих технических условий при соблюдении потребителем условий хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения смазки К21 - 6 месяцев с момента изготовления.

По истечении указанного срока хранения перед употреблением продукт должен быть проверен на соответствие требованиям настоящих технических условий.

П Е Р Е Ч Е Н Ь

НТД, используемая в технических условиях

ГОСТ 20841.1-75	Продукты кремнийорганические. Методы определения внешнего вида и механических примесей.
ГОСТ 17537-72	Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания летучих и нелетучих, твердых и пленкообразующих веществ.
ГОСТ 20841.4-75	Продукты кремнийорганические. Методы определения реакции среды
ГОСТ 9980-75	Материалы лакокрасочные. Правила отбора проб для испытаний. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение
ГОСТ 20882-75	Бидоны металлические для нефтепродуктов
ГОСТ 14192-77	Маркировка грузов
ГОСТ 215-73	Термометры ртутные стеклянные лабораторные
ГОСТ 5072-72	Секундомеры механические
ГОСТ 9871-75	Термометры стеклянные ртутные электроконтактные

Лист регистрации изменений

Изм.	Номера листов (страниц)				Всего листов (стран.) в докум	Номер докум.	Входящий № сопроводительного докумен. и дата	Подпись	Дата
	Измененных	Замененных	Новых	Изъятых					

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

ОКП 22 5734030О

УТВЕРЖДЕНО

организацией-изготовителем

"20" 06. 1984 г.

СОГЛАСОВАНО

с базовой организацией

по стандартизации

"14" 06. 1984 г.

с заказчиком

/Поливанов/

УДК

Группа Л-93

СМАЗКА К-21 АНТИАДГЕЗИОННАЯ

Извещение № 1 об изменении ТУ 6-02-909-79

Срок действия с 01.11.1984 г.

Номер раздела, пункта	Новая редакция
Титульный лист	Срок действия до 01.11.1989 г.
Вводная часть	Показатели технического уровня, установленные настоящими техническими условиями, соответствуют требованиям первой категории качества.
Раздел 5 Изложить в новой редакции	5.1. Упаковку, маркировку, транспортирование и хранение смазки К-21 производят по ГОСТ 9980-80. Упаковку смазки производят по ГОСТ 9980-80 в соответствии с группой 2, таблица 5: во фляги оцинкованные ФСЦ, с внутренним полиэтиленовым покрытием ФСП, стальные с полиэтиленовым вкладышем /ОСТ 6-19-56-75/ по ГОСТ 5799-78, вместимостью 40 л; барабаны оцинкованные, стальные с полиэтиленовым вкладышем по ГОСТ 5044-79, тип 1, 2, вместимостью 20, 50, 100 л; бочки оцинкованные по ГОСТ 13950-76, ГОСТ 6247-79, тип I, II, вместимостью 100, 200 л; бочки алюминиевые, тип II, вместимостью 100, 250 л, а также во фляги алюминиевые по ГОСТ 5037-78 тип ФА, вместимостью 38, 40 л; бидоны металлические по ГОСТ 20882-75, тип I, II, вместимостью 18, 20 л. По согласованию с потребителем допускается транспортирование смазки К-21 в алюминиевых ж.д. цистернах. 5.2. Транспортную маркировку проводят по ГОСТ 14192-77.

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

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата
Разраб.		Кудрина		
Пров.		Зубова		
Н. контр.				
Утв.				

Извещение № 1 об изменении ТУ 6-02-909-79

Смазка К-21 антифрикционная

Лит.	Масса	Масштаб
А		

Лист 2 Листов 4

Номер раздела, пункта	Новая редакция
	Перевозку смазки К-21 производят в пакетированном виде по ГОСТ 21929-76. Основные параметры и размеры пакетов должны соответствовать требованиям ГОСТ 24597-81. Средства пакетирования: поддоны плоские по ГОСТ 9078-74, ГОСТ 9557-73. Средства скрепления тарно-штучных грузов в транспортных пакетах по ГОСТ 21650-76 /металлическая лента, проволока с применением картонных прокладок, металлические пояса/. Масса пакета до 400 кг. Смазку транспортируют мелкими отправками, или в ж.д. цистернах. Транспортные средства при мелких отправках: крытые ж.д. вагоны, автомобильный транспорт. Транспортирование смазки в ж.д. цистернах осуществляется согласно "Правил перевозок грузов /часть 2, раздел 41, §1/ на условиях лака. На каждое грузовое место наносится знак опасности по ГОСТ 19433-81, соответствующий классу 3, подклассу 3.2. Шифр группы опасности "3212". 5.3. Смазка К-21 должна храниться в закрытых складских помещениях изготовителя /потребителя/ при температуре от 5 до 30°С.

Номер раздела, пункта	Новая редакция
Раздел 6, п.6.2. Последний абзац исключить по тексту технических условий	
Заменить ссылки:	ГОСТ 9980-76 на ГОСТ 9980-80; ГОСТ 5072-72 на ГОСТ 5072-79

ОКП 22 5734 0300

УДК
Группа Л 93
Зарегистрировано в ВНИМСОТ
ГР №
1992 г.



[illegible] директора
[illegible]ЗОС
А.Е.Поливанов
28.02 1992 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № 3

ТУ 6-02-909-79 СМАЗКА К-21
АНТИАДГЕЗИОННАЯ

Дата введения с 01.07.92

СОГЛАСОВАНО

Заместитель генерального директора НПО "ВИАМ"
письмо №26НН/21 16 01
В.Т.Минаков
1992 г.

Главный инженер завода "[illegible]полимер"
В.В.Олейник
1991 г.

Ведущий инженер по стандартизации
Н.В.Доценко
06 12 1991 г.

Начальник НИОСК ГНИИХТЭОС
Г.М.Пацфиленок
24.12 1991 г.

Начальник лаборатории
В.В.Северный
24 12 1991 г.

1991

Чис. № подл.	Подпись и дата	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подпись и дата

Титульный лист. Срок действия технических условий продлить до 01.01.2003.

Пункт 1.1. Таблица. Пункты 2,4 изложить в новой редакции:

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
2. Массовая доля летучих веществ (циклосилоксанов, бициклосилоксанов, толуола) %, не более	17	По п.4.3.
в том числе: толуола, % , не более	7	
4. Кипячение при (200±3)° С в течение не более 2 ч	Выдерживает испытание	По п.4.4.

Пункт 2.3. Последний абзац. Изложить в новой редакции: "Содержание паров толуола в воздухе рабочей зоны определяют по "Методическим указаниям по определению вредных веществ в воздухе", Москва, ЦРИА, Морфлот, 1981 г."

Пункт 2.5. Заменить слова: "Изложение в разделе 9 "Основные правила безопасного ведения процесса" на "Изложение в разделе 12 "Основные правила безопасной эксплуатации производства".

Пункт 3.2. Изложить в новой редакции:

"Показатель "Массовая доля летучих веществ (циклосилоксанов, бициклосилоксанов, толуола)" определяют периодически не реже одного раза в три месяца, в том числе "Массовая доля толуола" определяют в каждой партии".

Пункт 4.3. Изложить в новой редакции:

"Определение массовой доли летучих веществ (циклосилоксанов, бициклосилоксанов, толуола)

Методика определения массовой доли летучих веществ включает определение массовой доли суммарного содержания циклосилоксанов, бициклосилоксанов и толуола методом газожидкостной хроматографии.

4.3.1. Определение массовой доли суммарного содержания циклосилоксанов и бициклосилоксанов

Определение массовой доли суммарного содержания циклосилоксанов ($Д_3Д_4Д_5Д_6$) и бициклосилоксанов ($ТД_3ОН$, $Т_2Д_3$ I-IУ, $Т_2Д_4$ I-П) проводят методом газожидкостной хроматографии на хроматографе ЛХМ-80 с детектором по теплопроводности в режиме программирования температуры термостата колонок.

4.3.1.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Хроматограф лабораторный ЛХМ-80;

колонка хроматографическая (металлическая из нержавеющей стали) длиной 2 м с внутренним диаметром 3 мм;

линейка - 300 ГОСТ 427-75 измерительная металлическая;

секундомер по ТУ 25-1819.0021-90;

микрошприц "Газохром", МШ-1, МШ-10;

электроплитка по ГОСТ 14919-83;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-88, 2 класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, пределом допускаемой погрешности измерения ± 0,00075 г;

гири общего назначения по ГОСТ 7328-82;

стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336-82;

чашка выпарительная 5 ГОСТ 9147-80, фарфоровая;

гелий марки Б по ТУ 51-940-80;

сорбент: 15 % ПМС-1000 на хроматоне Ф-АВ зернением 0,250 - 0,315 мм, хемопал (Чехословакия) или 15 % Е-301 на хроматоне Ф-АВ - ДМЦС;

неподвижная фаза: силиконовый эластомер Е-301;

целлюлоза по ТУ 6-09-3825-77 с массовой долей основного вещества не менее 99,3 %;

дополнительно Al_2O_3 по ТУ 38.10385-76 с массовой долей Al_2O_3 не менее 75 %;

эфир медицинский;

хлороформ.

Допускается применение других серийно выпускаемых средств измерения (приборов, мерной посуды) с метрологическими характеристиками не хуже вышеуказанных, реактивов по степени чистоты не ниже вышеуказанных.

4.3.I.2. Условия измерений

При выполнении измерений в лаборатории должно быть:

температура окружающей среды - I5 - 35 °С;

относительная влажность - (60 ± 20) % ;

атмосферное давление - (I0I,3 ± I0,0) кПа.

При выполнении измерения должны быть соблюдены следующие условия:

температура термостата колонок:

начальная - (50,0 ± I,5) °С, конечная - (290,0±I,5) °С;

температура термостата детектора - (290,0 ± I,5) °С;

температура испарителя - (290,0 ± I,5) °С;

скорость программирования нагрева колонок - 8 °С/ мин;

объемная скорость подачи газа - носителя (гелия) - - 30 $см^3$/ мин;

ток моста катарометра - I00 мА;

объем вводимой пробы - I мкл.

4.3.I.3. Подготовка и выполнение измерений

4.3.I.3.I. Приготовление сорбента

Неподвижную фазу Е-301 взвешивают в стаканчике из расчета 15 % от массы сорбента и растворяют в хлороформе (ПФС-1000 растворяют в эфире) : 20 см³ растворителя на 1 г неподвижной фазы.

Твердый носитель массой (8,0 ± 1,0) г, предварительно взвешенный в фарфоровой чашке, заливают полученным раствором.

Содержимое чашки тщательно перемешивают, помещают на колбонагреватель или электроплитку и периодически перемешивают, испаряя хлороформ (эфир) до получения сыпучего сорбента.

4.3.1.3.2. Подготовка хроматографической колонки

Перед заполнением колонку промывают хромпиком или этиловым спиртом и высушивают в токе сухого и очищенного от масла азота или воздуха.

Сухие чистые колонки заполняют сорбентом, приготовленным по п.4.3.1.3.1., с помощью вакуумного насоса при постоянном постукивании.

Концы заполненных колонок закрывают стеклотканью, подсоединяют к испарителю, после чего продувают газом в течение (4,5 ± 0,5) ч, ступенчато поднимая температуру до (290 ± 1,5) °С.

4.3.1.3.3. Кондиционирование хроматографических колонок

Прибор выводят на режим при условиях, указанных в п.4.3.1.2., и кондиционируют колонки в режиме программирования температуры от 50 до 290 °С до получения нулевой линии, соответствующей техническим данным хроматографа.

4.3.1.3.4. Градуировка прибора

Массовую долю суммарного содержания циклосилоксанов и бициклосилоксанов рассчитывают по относительному градуировочному коэффициенту на D_4.

Для определения градуировочных коэффициентов готовят три искусственные смеси, каждую из которых готовят следующим образом:

В предварительно взвешенный стаканчик вносят 4 капли деполимеризата $Д_4$, 2 капли ксилола (внутренний стандарт) и гептан объемом 1 см^3, каждый раз взвешивая стаканчик.

Смесь тщательно перемешивают.

Приготовленные смеси анализируют, проводя для каждой смеси три параллельных определения.

Относительный градуировочный коэффициент на $Д_4$ (К) рассчитывают по формуле

$$k = \frac{m_{Д_4} \cdot h_{кс}}{h_{Д_4} \cdot m_{кс}},$$

где

$m_{Д_4}$ - масса $Д_4$, г;
$m_{кс}$ - масса ксилола (внутренний стандарт), г;
$h_{Д_4}$ - высота пика $Д_4$, см;
$h_{кс}$ - высота пика ксилола (внутренний стандарт), см.

Из полученных 9 значений градуировочных коэффициентов на $Д_4$ рассчитывают среднее арифметическое значение.

Градуировочные коэффициенты для каждого циклосилоксана и бициклосилоксана принимаются такими же как для $Д_4$.

Проверку градуировочных коэффициентов проводят не реже одного раза в три месяца или при изменении условий измерения, или при замене сорбента.

4.3.1.4. Проведение измерения

В предварительно взвешенный стаканчик вносят испытуемый продукт (смазку К-2I) объемом 0,5 см³, 2 капли ксилола (внутренний стандарт) и гептан объемом 0,5 см³, каждый раз взвешивая стаканчик.

Смесь тщательно перемешивают.

Хроматограф выводят на рамы согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

Пробу отбирают микроприцепом, который промывают гептаном 3-4 раза, затем анализируемой смесью 3-4 раза.

Пробу вводят в испаритель, включая секундомер.

Отмечают время выхода определяемых компонентов.

4.3.I.5. Обработка результатов измерений

Массовую долю суммарного содержания циклосилоксанов и бициклосилоксанов (X_I) в процентах определяют методом градуировки с внутренним стандартом с учетом градуировочного коэффициента по формуле

$$X_I = \frac{\Sigma h_i \cdot K \cdot m_{кс}}{h_{кс} \cdot m_{пр}} \cdot 100,$$

где

Σh_i - сумма высот пиков определяемых компонентов, см;

$h_{кс}$ - высота пика ксилола (внутренний стандарт), см;

K - градуировочный коэффициент на $Д_4$;

$m_{кс}$ - масса ксилола (внутренний стандарт), г;

$m_{пр}$ - масса пробы испытуемого продукта (смазка К-2I) г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений абсолютное значение допускаемого расхождения между которыми должно быть не более I %.

Доверительные границы абсолютного значения суммарной погрешности результата анализа составляет ± 3 % при доверительной вероятности 0,95.

4.3.2. Определение массовой доли толуола

Определение массовой доли толуола проводят методом газоадсорбционной хроматографии на хроматографе ЛХМ-80 с детектором по теплопроводности в изотермическом режиме термостата колонок.

4.3.2.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Хроматограф лабораторный ЛХМ-80;

колонка хроматографическая (металлическая из нержавеющей стали) длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм;

линейка - 300 ГОСТ 427-75 измерительная металлическая;

секундомер по ТУ 25-1819.0021-90;

микроприц МШ-1, МШ-10;

весы лабораторные общего назначения, 2 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и пределом допускаемой погрешности измерения ± 0,00075 г;

стаканчик СВ 14/8 по ГОСТ 25336-82;

гири общего назначения по ГОСТ 7328-82;

голый марки В по ТУ 51-940-80;

сорбент: "Сагбонак 6000" на хроматоне Ф-ЛМ-ДМЦС, зернением 0,200 - 0,250 мм;

ксилол по ТУ 6-09-3825-77 с массовой долей основного вещества не менее 99,3%;

толуол по ТУ 6-09-4305-76 или ГОСТ 5789-78 с массовой долей основного вещества не менее 99,5%.

Допускается применение других серийно выпускаемых средств измерения (приборов, мерной посуды) с метрологическими характеристиками не хуже вышеуказанных, реактивов по степени чистоты не ниже вышеуказанных.

4.3.2.2. Условия измерения

При выполнении измерений в лаборатории должно быть:

температура окружающей среды - 15-35 °С;
относительная влажность воздуха - (60±20) %;
атмосферное давление - (101,3 ± 10,0) кПа.

При выполнении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

температура колонок - (120,0 ± 1,5) °С;
температура термостата детектора - (150,0 ± 1,5) °С;
температура испарителя - (150 ± 1,5) °С;
объемная подача газа-носителя (гелия) - 30 см³/мин;
ток моста катарометра - 100 мА;
скорость протяжки диаграммной ленты на самописце - 600 мм/ч;
объем вводимой пробы - 1 мкл.

4.3.2.3. Подготовка и выполнение измерений

4.3.2.3.1. Подготовка хроматографической колонки

Перед заполнением колонку промывают ацетоном или этиловым спиртом и высушивают в токе сухого и очищенного от масла азота или воздуха.

Заполнение колонки сорбентом - согласно инструкции, прилагаемой к прибору (хроматографу).

Затем колонки подсоединяют к прибору и проверяют на герметичность также согласно инструкции к прибору.

4.3.2.3.2. Кондиционирование хроматографических колонок

Прибор выводят на режим при условиях, указанных в п.4.3.2.2, и кондиционируют колонки при температуре 120 °С до получения нулевой линии, соответствующей техническим данным хроматографа.

4.3.2.3. Градуировка прибора

Массовую долю толуола рассчитывают по градуировочному коэффициенту.

Для определения градуировочного коэффициента готовят три искусственные смеси.

Каждую из трех смесей готовят следующим образом:

В предварительно взвешенный стаканчик вносят толуол объемом 0,1 см^3, кеилол объемом 0,5 см^3 (внутренний стандарт) и гептан объемом 10 см^3, каждый раз взвешивая стаканчик.

Смесь тщательно перемешивают.

Приготовленные смеси анализируют, проводя для каждой смеси три параллельных определения.

Относительный градуировочный коэффициент для толуола ($K_{тол}$) рассчитывают по формуле

$$K_{тол} = \frac{m_{тол} \cdot h_{кс}}{h_{тол} \cdot m_{кс}}, \quad (\text{---})$$

где

$m_{тол}$ - масса толуола, г;

$m_{кс}$ - масса кеилола (внутренний стандарт), г;

$h_{тол}$ - высота пика толуола, см;

$h_{кс}$ - высота пика кеилола (внутренний стандарт), см.

Из полученных 9 значений градуировочных коэффициентов для толуола рассчитывают среднее арифметическое значение.

Проверку градуировочного коэффициента проводят не реже одного раза в три месяца или при изменении условий измерения, или замене сорбента.

Доверительные границы абсолютного значения суммарной погрешности результата анализа составляют ± 0,4 % при доверительной вероятности 0,95.

4.3.3. Определение массовой доли летучих веществ (циклосилоксанов, бициклосилоксанов, толуола)

Массовую долю летучих веществ (циклосилоксанов, бициклосилоксанов и толуола), (X), в процентах вычисляют по формуле

$$X = X_1 + X_2,$$

где

X_1 - массовая доля циклосилоксанов и бициклосилоксанов, %;

X_2 - массовая доля толуола, %;

Пункт 4.4. Первый абзац. Изложить в новой редакции: "Определение шелирования".

Пункт 4.4.1. Дополнить новым абзацем (после абзаца 3):

"весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-88, 4 класс точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г и пределом допускаемой погрешности измерения ± 0,038 г".

Шестой абзац изложить в новой редакции: " термометр стеклянный по ГОСТ 400-80 или термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498-90".

Дополнить новым абзацем: "Допускается применение других серийно выпускаемых средств измерений (приборов, посуды) с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже вышеуказанных".

Пункт 4.4.3. Пятый абзац. Изложить в новой редакции:

"Лак выдерживает испытание, если он шелирует в течение не более 2 ч".

Пункт 4.4. По всему тексту заменить обозначение "$ХК_{68}$" на "ХК ($\angle$)".

Пункт 5.1. Заменить обозначение: "л" на "$дм^3$".

Заменить ссылку: ГОСТ 20882-75 на ТУ 38.101.169-88.

Пункт 5.2. Заменить обозначение: "ГОСТ 21929-76" на ГОСТ 26863-85.

Заменить ссылки: ГОСТ 9557-73 на ГОСТ 9557-87, ГОСТ 19433-81 на ГОСТ 19433-88.

Пункт 5.3. Изложить в новой редакции: "Смазка К-21 должна храниться в закрытых складских помещениях".

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата	ТУ 6-02-909-79 Изменение № 3	Лист 13

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

к проекту изменения № 3 ТУ 6-02-909-76
"Смазка К 21 антиадгезионная"

Настоящее изменение разработано заводом "Кремнийполимер" согласно плану по стандартизации на 1992 год.

Изменение предусматривает:

продление срока действия технических условий до 01.01.2003;

ввод прогрессивного хроматографического метода анализа определения массовой доли летучих веществ (циклосилоксанов, бициклосилоксанов, толуола). Методики "Массовая доля циклосилоксанов и бициклосилоксанов" и "Массовая доля толуола" аттестованы (свидетельства № 45-89, № 71-91);

перевод показателя "Желирование" в качественный, т.к температура и время желирования задаются;

изложение пункта 2.3 в новой редакции (введен действующий метод определения паров толуола в воздухе рабочей зоны);

замену устаревшей НТД.

Качество продукта удовлетворяет требования потребителя.

Изменение выполнено согласно требованиям ГОСТ 1.3-85, ОСТ 6-35-1-87.

Главный инженер В.В.Олейник

Ведущий инженер по стандартизации Н.В.Дощенко

ТУ 6-02-909-79 Изменение № 3

Изм.	Лист	Подпись	Дата
Разраб.	Дощенко		16.12.91
Пров.			
Н.контр.			

СМАЗКА К-21 АНТИАДГЕЗИОННАЯ
ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

Лист	Лист	Листов
1	1	1

Сравнительные статистические данные

определения массовой доли нелетучих веществ весовым методом и массовой доли летучих веществ хроматографическим методом

Номер партии	Дата изготовления	Массовая доля нелетучих веществ по ГОСТ 17577-72, %	Массовая доля летучих веществ (циклосилоксанов, бициклосилоксанов, толуола, %	Массовая доля нелетучих веществ, % (100-массовая доля циклосилоксанов, бициклосилоксанов, толуола)
I	04.01.91	86,4	I3,6	86,4
2	06.02	85,9	I4,I	85,9
3	I2.02	84,4	I5,0	85,0
4	I3.02	86,3	I3,5	86,5
5	I3.02	82,7	I7,0	83,0
6	04.03	83,7	I6,3	83,7
7	05.03	85,5	I4,3	86,7
8	06.03	82,0	I6,5	83,5
9	06.03	82,2	I6,8	83,2
I0	I9.03	86,6	I3,0	87,0
II	I9.03	88,0	I2,0	88,0
I2	I9.03	83,8	I6,0	84,0
I3	25.03	83,0	I7,0	83,0
I4	08.05	84,2	I5,5	84,5
I5	I2.05	86,4	I3,3	86,7
I6	I2.05	86,9	I3,0	87,0
I7	24.05	86,2	I3,5	86,5
I8	29.05	85,5	I4,3	85,7
I9	29.05	82,0	I7,0	83,0
20	30.05	84,9	I5,0	85,0

Начальник лаборатории цеха 7 [signature] Н.М. Алексеева

gost.e-ecolog.ru