ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 58426— 2020

Дороги автомобильные общего пользования

МАТЕРИАЛЫ ПРОТИВОГОЛОЛЕДНЫЕ

Методы испытаний

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Некоммерческой организацией «Национальная ассоциация зимнего содержания дорог»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 418 «Дорожное хозяйство»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 октября 2020 г. № 1004-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2020

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины, определения и сокращения 3
4 Методы испытаний 4
5 Порядок оформления результатов испытаний 49
Приложение А (обязательное) Виды форм гранул противогололедных материалов 51
Библиография 53

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Дороги автомобильные общего пользования

МАТЕРИАЛЫ ПРОТИВОГОЛОЛЕДНЫЕ

Методы испытаний

Automobile roads of general use. Deicing materials. Methods of testing

Дата введения — 2020—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы испытаний противогололедных материалов (далее ПГМ) при проведении контроля показателей поставщиками продукции (предприятием-изготовителем), при всех видах контроля, в том числе входном контроле потребителями, операционном контроле качества, приемо-сдаточных, периодических и сертификационных испытаниях.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.135 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

ГОСТ 9.908 Единая система защиты от коррозии и старения. Металлы и сплавы. Методы определения показателей коррозии и коррозионной стойкости

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 166 Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 380 Сталь углеродистая обыкновенного качества. Марки

ГОСТ 400 Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов. Технические условия

ГОСТ 427 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 938.0—75 Кожа. Правила приемки. Методы отбора проб

ГОСТ 938.13 Кожа. Метод определения массы и линейных размеров образцов

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2156 Натрий двууглекислый. Технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 2789 Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3956 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4201 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7473 Смеси бетонные. Технические условия

ГОСТ 8269.0—97 Щебень и гравий из плотных горных пород и отходов промышленного производства для строительных работ. Методы физико-механических испытаний

ГОСТ 8030 Иглы для шитья вручную. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9980.2 Материалы лакокрасочные и сырье для них. Отбор проб, контроль и подготовка образцов для испытаний

ГОСТ 10028 Вискозиметры капиллярные стеклянные. Технические условия

ГОСТ 10054 Шкурка шлифовальная бумажная водостойкая. Технические условия

ГОСТ 10060 Бетоны. Методы определения морозостойкости

ГОСТ 10180 Бетоны. Методы определения прочности по контрольным образцам

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12730.1—78 Бетоны. Методы определения плотности

ГОСТ 13344 Шкурка шлифовальная тканевая водостойкая. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ ISO/IEC 17025—2019 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 17435 Линейки чертежные. Технические условия

ГОСТ 18105 Бетоны. Правила контроля и оценки прочности

ГОСТ 18481 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 18995.1 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности

ГОСТ 19903 Прокат листовой горячекатаный. Сортамент

ГОСТ 21560.2 Удобрения минеральные. Метод определения статической прочности гранул

ГОСТ 21560.3 Удобрения минеральные. Метод определения динамической прочности и истираемости

ГОСТ 22261 Средства измерений электрических и магнитных величин. Общие технические условия

ГОСТ 22685 Формы для изготовления контрольных образцов бетона. Технические условия

ГОСТ 22783 Бетоны. Метод ускоренного определения прочности на сжатие

ГОСТ 23932 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25706 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 33028 Дороги автомобильные общего пользования. Щебень и гравий из горных пород. Определение влажности

ГОСТ 33030 Дороги автомобильные общего пользования. Щебень и гравий из горных пород. Определение дробимости

ГОСТ 33389—2015 Дороги автомобильные общего пользования. Противогололедные материалы. Методы испытаний

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 8.563 Государственная система обеспечения единств измерений Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 9.905—2007 Единая система защиты от коррозии и старения. Методы коррозионных испытаний. Общие требования

ГОСТ Р 9.907—2007 Единая система защиты от коррозии и старения. Металлы, сплавы, покрытия металлические. Методы удаления продуктов коррозии после коррозионных испытаний

ГОСТ Р 51568 Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

ГОСТ Р 52501 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 54729 Соль поваренная пищевая. Определение массовой доли влаги термогравиметрическим методом

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения национального стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **аналитическая проба продукта:** Проба противогололедного материала, выделенная из лабораторной пробы продукта, в представительном и достаточном количестве для проведения испытаний на требуемые показатели качества.

3.1.2 **арбитражная проба:** Проба противогололедного материала, выделенная из средней пробы, которую опечатывают и хранят на случай разногласий в оценке качества с потребителем.

3.1.3 **лабораторная проба:** Проба противогололедного материала, выделенная из средней пробы, уменьшенная методом квартования, в представительном и достаточном количестве для проведения испытаний на все требуемые показатели качества.

3.1.4 **мерная проба:** Проба противогололедного материала, выделенная из лабораторной пробы, в представительном и достаточном количестве для проведения какого-то одного конкретного испытания.

3.1.5 **объединенная проба:** Совокупность тщательно перемешанных точечных проб, взятых из одной партии, и характеризующая партию в целом.

3.1.6 **партия ПГМ:** ПГМ, изготовленный в одном технологическом процессе из однородного сырья, одновременно предъявленный к приемке и оформленный одним сопроводительным документом для поставки в один адрес.

3.1.7 **средняя проба:** Проба противогололедного материала, выделенная из объединенной пробы, уменьшенная методом квартования, в представительном и достаточном количестве для проведения испытаний на все требуемые показатели качества и, при необходимости, формирования арбитражной пробы.

3.1.8 **точечная проба:** Количество материала, отобранного единовременно из одной точки партии.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

ЛПА — лента полиэтиленовая армированная;

ТПЛ — тканевая полиэтиленовая лента;

ПГМ — противогололедные материалы;

ПГР — противогололедные реагенты;

ПГРж — жидкие противогололедные реагенты;

ПГРт — твердые противогололедные реагенты;

ПГРдф — двухфазные противогололедные реагенты;

КМ — комбинированные противогололедные материалы;

ФМ — фрикционные противогололедные материалы.

4 Методы испытаний

4.1 Общие положения

При проверке соответствия качества ПГМ требованиям нормативно-технической документации, в том числе при сертификации продукции, при подтверждении соответствия ПГМ требованиям настоящего стандарта и иной документации, проводят испытания в лабораториях, отвечающих санитарно-гигиеническим нормам и аккредитованных в национальной системе аккредитации, область аккредитации которых предусматривает такие объекты исследования, как ПГМ на показатели, установленные настоящим стандартом (далее — аккредитованная лаборатория).

Лаборатории, выполняющие производственный контроль качества, должны пройти оценку состояния измерений по [1] и (или) быть компетентными в соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025.

Примечание — До июня 2024 года допускается проверка соответствия качества ПГМ требованиям нормативно-технической документации, в том числе при сертификации продукции, при подтверждении соответствия ПГМ требованиям настоящего стандарта и иной документации, лабораториями, аккредитованными в иной системе аккредитации, кроме национальной, область аккредитации которых предусматривает такие объекты исследования, как ПГМ на показатели, установленные настоящим стандартом.

4.1.1 Требования безопасности, охраны окружающей среды

4.1.1.1 При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с химическими веществами по ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.005.

4.1.1.2 Обучение работающих правилам безопасности труда проводят согласно ГОСТ 12.0.004.

4.1.1.3 При работе с электронагревательными приборами соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и требования инструкции по эксплуатации прибора.

4.1.1.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004. В лаборатории должны находиться средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.1.1.5 Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

4.1.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, соответствующие требованиям, предъявляемым к персоналу, производящему данные работы и освоившему технику выполнения измерений по методам испытаний настоящего стандарта.

4.1.3 Требования к условиям измерений

- температура воздуха — (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление — (84—106) кПа;
- относительная влажность воздуха, не более — 80 %.

4.1.4 Требования к средствам измерений

При проведении испытаний ПГМ допускается использовать и другие средства измерений, лабораторное оборудование и химическую посуду с метрологическими характеристиками не хуже, чем указанные в настоящем стандарте.

4.1.5 Проверка приемлемости результатов измерений

4.1.5.1 За окончательный результат измерений, $\overline{X}$, %, принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений (если они предусмотрены методикой измерений), если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot |x_1 - x_2| \cdot 100}{(x_1 + x_2)} \le r_{отн}, \quad (1)$$

где $r_{отн}$ — относительное значение предела повторяемости методики измерений, %.

4.1.5.2 Если вышеуказанное условие приемлемости не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой измерений. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие

$$\frac{4 \cdot |X_{max} - X_{min}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \le CR_{0,95}, \quad (2)$$

где $CR_{0,95}$ — значение критического диапазона для уровня вероятности $P = 0,95$ и n результатов параллельных определений

$$CR_{0,95} = f(n)\sigma_{r_{отн}}. \quad (3)$$

Для $n = 4$ $CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_{r_{отн}}$,

где $\sigma_{r_{отн}}$ — относительное значение показателя повторяемости, %

$$\sigma_{r_{отн}} = r_{отн} \cdot Q(P, n), \quad (4)$$

где $Q(P, n)$ — коэффициент, зависящий от доверительной вероятности P и числа параллельных определений n

при $n = 2$ и $P = 0,95$ $Q(P, n) = 2,77$;
при $n = 3$ и $P = 0,95$ $Q(P, n) = 3,31$;
при $n = 4$ и $P = 0,95$ $Q(P, n) = 3,63$;
при $n = 5$ и $P = 0,95$ $Q(P, n) = 3,86$.

Если при повторном испытании условие приемлемости все же не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют измерения в соответствии с требованиями методики измерений.

4.1.5.3 Оформление результатов измерений

Результат измерений представляют в виде $\overline{X} \pm \Delta$ при $P = 0,95$, где $\overline{X}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми;

Δ — погрешность результатов измерений, %, которую рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \quad (5)$$

где δ — показатель точности (характеристика относительной погрешности измерений) методики измерений, %.

Численное значение результата измерений округляют до того же разряда, что и значение характеристики погрешности (с числом значащих цифр не более двух).

Примечание — Результат измерений может быть представлен только в виде среднего значения $\overline{X}$, если это условие устраивает заказчика.

4.1.6 Выше приведены минимальные требования, но в конкретных методиках могут быть указаны и дополнительные требования, также обязательные к выполнению.

4.2 Отбор и подготовка проб к испытанию

Для проверки соответствия требованиям настоящего стандарта проводят отбор проб ПГМ.

Отбор проб ПГМ необходимо осуществлять на площадках, защищенных от внешних осадков.

4.2.1 Объем выборки твердых ПГМ

4.2.1.1 Объем выборки твердых ПГМ от упакованной продукции составляет:

а) не менее 0,2 % тарных единиц из партии продукции, упакованной в тару, массой 100 кг и менее;

б) не менее 0,5 % тарных единиц из партии продукции, упакованной в тару, массой от 100 до 700 кг;

в) не менее 1,0 % из контейнеров (МКР) массой более 700 кг.

Допускается при массе партии более 500 т проводить объем выборки не менее 0,1 % из партии продукции, упакованной в мешки массой 100 кг и менее; не менее 0,3 % из партии продукции, упакованной в мешки массой от 100 до 700 кг; не менее 0,5 % из контейнеров (МКР) массой более 700 кг.

Минимальный объем выборки должен быть не менее трех единиц тары от объема партии.

Отбор тарных единиц осуществляется методом случайной выборки, с выполнением условия равномерности отбора по всему объему партии продукта (начало, середина и конец партии).

4.2.1.2 Объем выборки твердых ПГМ от неупакованной продукции, находящейся в виде насыпи, должен быть не менее 0,003 % от массы партии:

а) из железнодорожных вагонов и автотранспорта: отбирают пробы из первой и далее из каждой десятой единицы транспорта, если количество единиц транспорта менее 11, то отбор производят из трех единиц методом случайной выборки, если количество единиц транспорта 3 и менее — отбор осуществляют из каждой единицы транспорта;

б) из судов и складов готовой продукции: отбор проводится от каждой единицы.

4.2.1.3 Объем выборки твердых ПГМ от неупакованного продукта, находящегося в движении, отбирают через равные интервалы времени от движущегося потока не менее 0,003 % от массы партии.

4.2.1.4 Допускается при массе партии более 500 т неупакованного продукта в виде насыпи или находящегося в движении проводить объем выборки не менее 0,0003 % от массы партии.

4.2.2 Отбор проб твердых ПГМ

4.2.2.1 Отбор проб продукта, упакованного в мелкую тару (мешки, ведерки или иную тару), массой 100 кг и менее, отбирают щелевидным пробоотборником (рисунок 1), точечным щупом или другим средством, обеспечивающим сохранность гранулометрического состава при отборе.

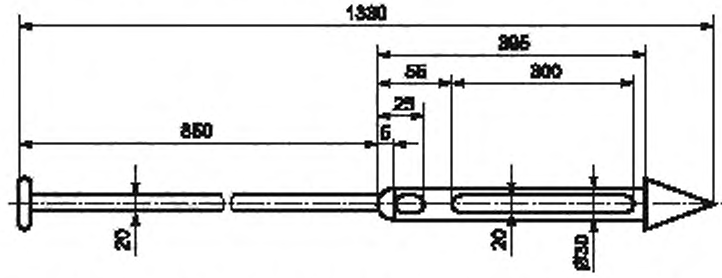


Рисунок 1 — Внешний вид ручного щелевидного пробоотборника

Пробы из мешка отбирают при его горизонтальном положении, погружая щелевидный пробоотборник на 3/4 длины мешка по двум диагоналям по схеме, приведенной на рисунке 2.

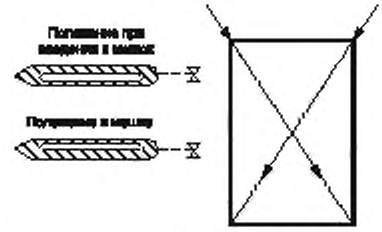


Рисунок 2 — Схема отбора щелевидным пробоотборником

При отборе пробы из мешка точечным щупом отбор проводят при его горизонтальном положении, погружая пробоотборник на 1/3 длины мешка по диагонали со всех четырех углов мешка.

Если после процедуры отбора проб в мешках остаются отверстия, они должны быть заклеены армированной лентой (скотч) типа ЛПА или ТПЛ.

Если продукт упакован в ведерки или иную тару, то данную тару принимают за точечный отбор и изымают из партии такое количество тары вместе с продуктом, которое соответствует объему выборки.

4.2.2.2 Отбор проб продукта, упакованного в контейнеры типа МКР, «Биг-Беги» и других типов, массой более 100 кг, может осуществляться двумя способами:

- основной способ (способ I): отбирают щелевидным или аналогичным средством, обеспечивающим сохранность гранулометрического состава, через горловину для загрузки контейнера. Пробы отбирают из пяти точек, погружая пробоотборник на 3/4 высоты МКР, по направлениям четырех диагоналей к углу упаковки и по его центру сверху вниз.

При отборе проб упакованного продукта щуп, щелевой пробоотборник или любой другой пробоотборник не должен наполняться до краев при одноразовом проходе через поток. Ширина щели при этом должна быть не менее чем в 2,5 раза больше максимальной величины гранул.

Масса точечной пробы зависит от типа пробоотборного устройства, но при этом масса объединенной пробы должна быть достаточной, исходя из этого и регулируется количество точечных проб;

- проверочный способ (способ II): на ровную площадку расстилают чистую и сухую плотную полиэтиленовую пленку или другой плотный материал размером не менее 3 м на 6 м, на нее высыпают весь продукт из контейнера.

Продукт равномерно разравнивают на пленке совковыми лопатами в виде широкой полосы высотой слоя не более 15 см. По всей поверхности слоя продукта отмечают места для отбора точечных проб, выбранных в соответствии с рисунком 3.

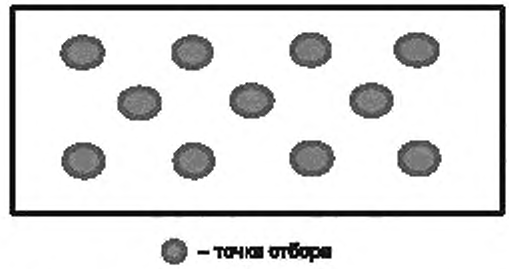


Рисунок 3 — Схема отбора проверочного способа

В выбранных местах цилиндрической емкостью протыкают весь слой ПГМ до пленки. Отгребают ПГМ от внешнего края цилиндрической емкости на расстояние не менее 10 см. Затем под емкость подводится совок так, чтобы забрать максимально продукт из этой емкости. Остатки просыпавшегося продукта выметают кисточкой с пленки на совок и присоединяют к точечной пробе.

Отбирают 11 точечных проб, масса точечной пробы ПГМ не менее 0,5 кг. Отобранные точечные пробы ссыпают в плотный герметичный полиэтиленовый пакет или ведро с герметичной крышкой и получают объединенную пробу.

4.2.2.3 Отбор точечных проб твердых ПГМ от неупакованного продукта из судов, вагонов, автомобилей, насыпей на складах готовой продукции проводится при помощи совка или щелевидного пробоотборного сосуда.

Внешний вид щелевидного пробоотборного сосуда приведен на рисунке 4.

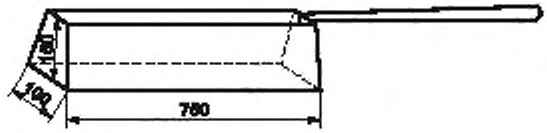


Рисунок 4 — Щелевидный пробоотборный сосуд

Точечные пробы из автомашины отбирают по схеме, приведенной на рисунке 5:

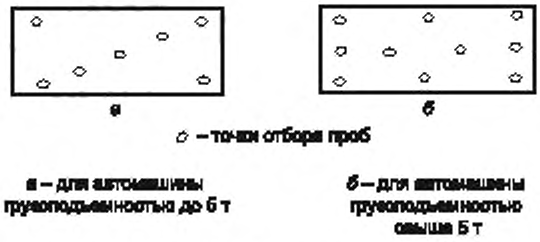
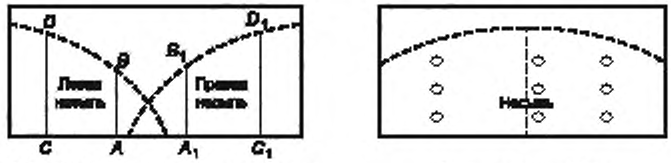


Рисунок 5 — Схема отбора проб из автомашины

Масса точечной пробы должна быть не менее 0,2 кг.

У потребителя из крытого вагона общего назначения допускается отбирать пробы по схеме, приведенной на рисунке 6.



а) AB и A_1B_1 — первый этап отбора б) о — точки отбора

CD и C_1D_1 — второй этап отбора

Рисунок 6 — Схема отбора проб из крытого вагона общего назначения

Точечные пробы отбирают в два приема: первый — после выгрузки ПГМ у дверного проема, второй — после выгрузки половины продукта. От верхнего, среднего и нижнего горизонтов левой и правой насыпи отбирают по три точечные пробы, всего 36 точечных проб, которые объединяют, перемешивают и сокращают.

Масса точечной пробы должна быть не менее 0,2 кг.

Точечные пробы от насыпей отбирают по схеме, приведенной на рисунке 7, с глубины не менее 30 см от поверхности по всей высоте насыпи по двум противоположным образующим.

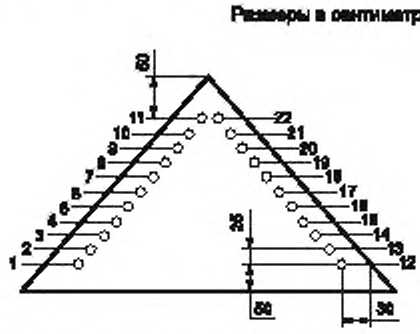


Рисунок 7 — Схема отбора проб из конической насыпи

Расстояние между точками отбора по образующей конуса от 20 до 25 см, при этом исключают из отбора по 50 см от вершины и основания конуса.

При неправильном конусе допускается отбор точечных проб из бокового поперечного разреза, как показано на рисунке 8,*а*. Точечные пробы от продукта, находящегося в неконусообразной насыпи, отбирают равномерно на расстоянии не менее 50 см от поверхности или от основания насыпи, как показано на рисунке 8,*б*.

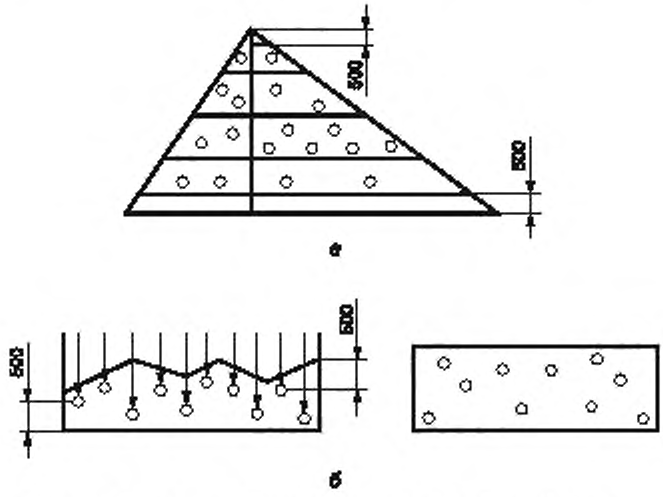


Рисунок 8 — Схема отбора проб от неконуснообразной насыпи

Масса точечных проб должна быть не менее 0,2 кг.

4.2.2.4 Отбор точечных проб твердых ПГМ от неупакованного продукта, находящегося в движении, осуществляют вручную с помощью щелевого или любого другого сосуда методом полного пересечения струи в местах перепада потока через равные интервалы времени. При отборе проб щелевой или любой другой сосуд не должен наполняться до краев при одноразовом проходе через поток. Ширина щели при этом должна быть не менее чем в 2,5 раза больше максимальной величины гранул.

Масса точечной пробы ПГМ не менее 0,2 кг.

4.2.2.5 Точечные пробы твердого ПГМ объединяют в таре, обеспечивающей сохранность качества продукта. В качестве тары можно использовать плотный полиэтиленовый пакет типа «гриппер». Объединенную пробу тщательно перемешивают.

4.2.2.6 Пробоподготовка твердого ПГМ

Объединенную пробу сокращают до средней пробы на желобчатом делителе или других делителях, обеспечивающих равномерность разделения продукта.

Сокращение пробы проводят следующим образом: объединенную пробу равномерно засыпают в желобчатый делитель по центральной линии вдоль его продольной оси. Продукт, падающий в одну из емкостей, удаляют, а падающий во вторую емкость — используют. Операцию повторяют до получения массы средней пробы.

Допускается проводить сокращение пробы методом ручного квартования. Объединенную пробу насыпают на сухую и чистую поверхность и тщательно перемешивают лопатой, образовывают из нее конус и перебрасывают в новый конус. Данный процесс повторяют три раза. При образовании конуса каждое количество продукта, находящееся на лопате, помещают на вершину нового конуса таким образом, чтобы гранулометрические фракции могли стекать с вершины конуса на все стороны и равномерно распределяться, в результате чего обеспечивается перемешивание фракций различной крупности. Третий, последний конус, путем повторяющихся ударов лезвий лопаты о вершину конуса разравнивают до момента, пока его толщина и диаметр не станут одинаковыми. Затем пробу делят на четыре части двумя перпендикулярно пересекающимися между собой диагоналями. Две противоположные четверти удаляют, а две оставшиеся соединяют вместе. Процесс квартования — смешивания и деления на четыре части повторяют до получения необходимого количества средней пробы.

Масса средней пробы должна быть достаточной для проведения испытаний и, при необходимости, формирования арбитражной пробы.

Среднюю пробу ПГМ методом квартования делят на две — одну половину продукта, то есть лабораторную пробу, передают для испытаний в лабораторию, а вторую: арбитражную, хранят в течение гарантийного срока хранения ПГМ в соответствии с технической документацией на продукт.

Лабораторную пробу методом квартования делят на две: аналитическую пробу (1) в естественном состоянии и аналитическую пробу (2), предназначенную для размола.

Аналитическую пробу (1) методом последовательного квартования делят на мерные пробы для проведения испытаний, в которых анализ продукта проводится в его естественном состоянии (однородность, гранулометрический состав, внешний вид и цвет, влага, слеживаемость, массовая доля фрикционного материала в ПГМ, марка по дробимости, статическая и динамическая прочность, эффективная удельная активность естественных радионуклидов, коррозионная активность комбинированных материалов, а таюке массовая доля пылевидных, глинистых частиц и глина в комках во фрикционных материалах).

Аналитическую пробу для размола (2) методом последовательного квартования делят на мерные пробы для проведения конкретных испытаний, в которых проба подвергается размолу с целью достижения однородности состава. Размол тщательно перемешивается. Из размолотого образца выполняют определение массовой доли входящих компонентов в ПГМ, нерастворимого остатка, плавящей способности, рабочей температуры и приготовление растворов при определении интенсивности запаха, показателя активности ионов водорода, динамической вязкости, температуры начала кристаллизации, коррозионной активности твердых противогололедных реагентов, агрессивного воздействия на цементобетон.

4.2.2.7 Схема отбора и пробоподготовки твердого ПГМ приводится ниже (рисунок 9).

4.2.3 Объем выборки ПГРж, жидкой фазы ПГРдф (далее — ПГРж)

4.2.3.1 Объем выборки ПГРж из мелкой тары составляет:

- не менее 0,2 % тарных единиц из партии продукции, разлитой в тару по 50 кг и менее (кубовые контейнеры, канистры, бочки, бутыли и т.д.);
- не менее 1,0 % из контейнеров более 50 кг.

4.2.3.2 Объем выборки ПГРж из многотоннажной тары составляет:

- из железнодорожных и автотранспортных цистерн: отбирают пробы из первой и далее из каждой десятой цистерны, если количество цистерн менее 11, то отбор проводят из трех цистерн методом случайной выборки, если количество цистерн 3 и менее — отбор осуществляют из каждой цистерны.

4.2.3.3 Отбор тарных единиц осуществляется методом случайной выборки, но он должен быть равномерным по всему объему партии продукта (начало, середина и конец партии).

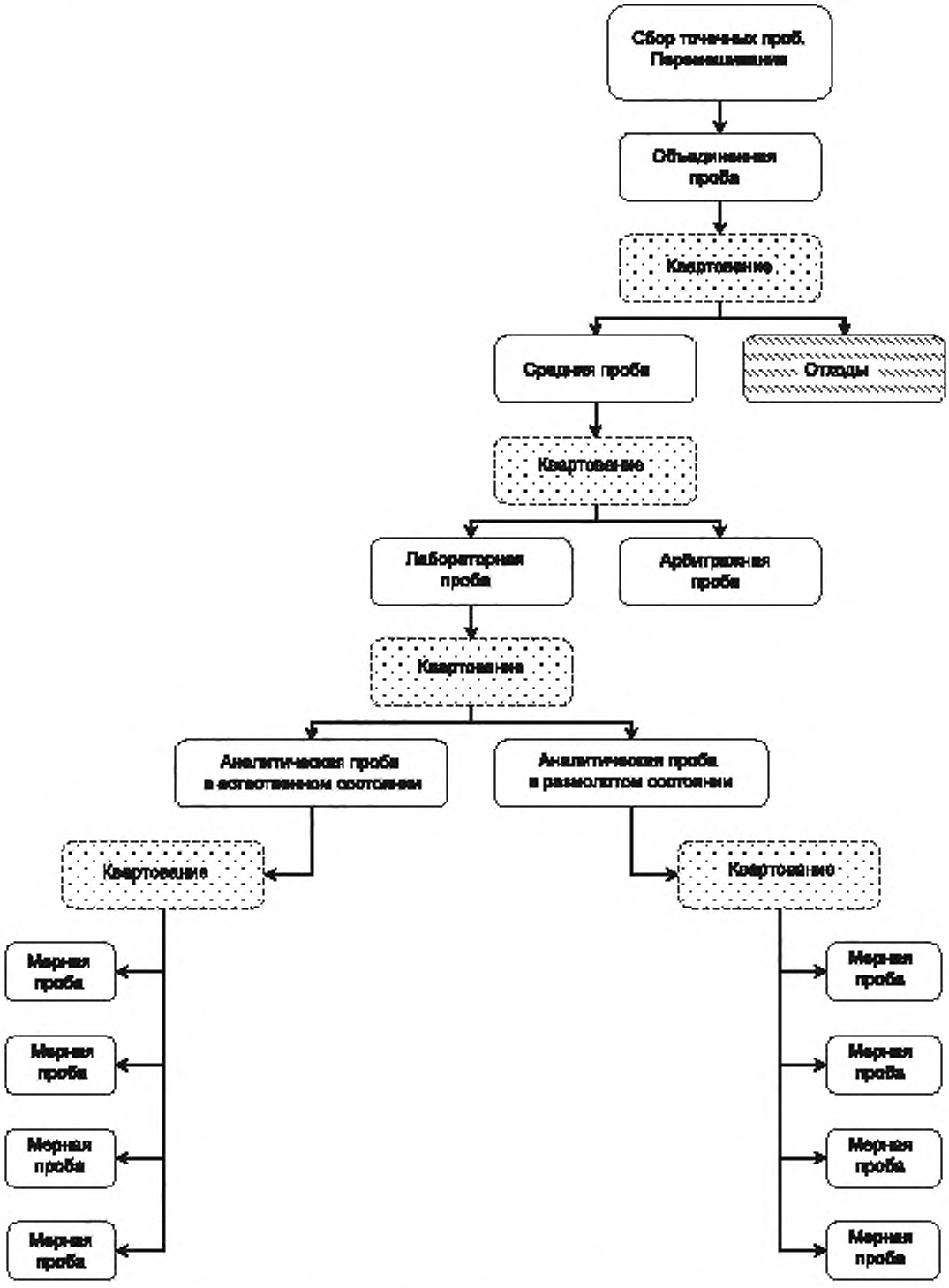


Рисунок 9 — Схема отбора и пробоподготовки твердого ПГМ

4.2.4 Отбор проб ПГРж

4.2.4.1 При отборе проб ПГРж используют специальные пробоотборники по ГОСТ 9980.2, обеспечивающие равномерный отбор продукта из всего объема. Также возможно применять и следующие пробоотборные устройства:

а) зонд бутылочный для отбора проб ПГРж — для отбора жидких проб из тары, где толщина слоя жидкости свыше 1,5 м (см. рисунок 10).

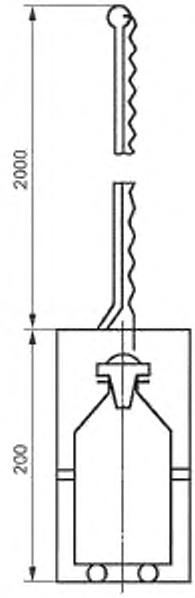


Рисунок 10 — Зонд бутылочный для отбора проб ПГРж

Отбор пробы осуществляется по всей высоте слоя жидкости;

б) ковш для отбора проб из тары объемом до 50 дм^3. Образец ковша приведен на рисунке 11.

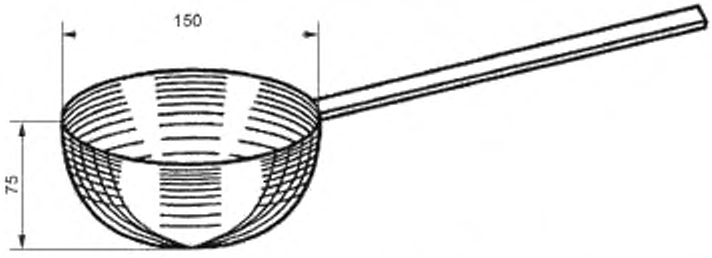


Рисунок 11 — Ковш для отбора ПГРж

Для отбора жидких проб из тары, где толщина слоя жидкости менее 1,5 м, можно использовать однотрубный зонд с нижним отверстием или пробоотборное устройство типа ПЭ-1110.

Примечание — Допускается применение и других пробоотборников, обеспечивающих равномерность отбора пробы по высоте слоя жидкости.

4.2.4.2 Легкоосаждающиеся ПГРж до отбора точечных проб гомогенизируют (посредством перемешивания, качания бочек или вдувания воздуха в цистерну или любым другим способом).

4.2.4.3 Объем точечных проб ПГРж должен быть не менее 200 см^3. Отобранные точечные пробы ПГРж объединяют в чистой емкости (сборнике), предварительно ополоснутой отбираемой пробой, затем тщательно перемешивают. Объем объединенной пробы должен быть в четыре и более раза больше суммы объемов аналитических проб, как правило, этот объем не менее 1 дм^3.

Аналитические пробы отбирают непосредственно из сборника в раздельные склянки. Требуемый объем аналитической пробы зафиксирован в каждом методе испытаний.

4.2.4.4 Пробоподготовка ПГРж

При наличии в ПГРж механических примесей пробу фильтруют через фильтр «белая лента» (если иного не указано в методике), отбрасывая первые порции фильтрата.

4.2.5 Отбор проб составляющих фаз ПГРдф осуществляется раздельно: твердая фаза отбирается как ПГРт, жидкая — как ПГРж.

4.2.6 Если в поставку продукции входит несколько партий, то отбор осуществляется раздельно от каждой партии продукции.

4.2.7 Масса средней пробы ПГМ должна быть больше суммы масс аналитических проб не менее чем в четыре раза, которая в свою очередь зависит от количества заданных испытаний, то есть количества мерных проб. Требуемая масса мерной пробы прописана в каждом методе испытаний в разделе подготовки проб или приготовления раствора ПГМ.

На пробу составляют акт отбора пробы, который должен содержать следующую информацию:

- наименование продукта, тип, марка;
- обозначение стандарта на продукт;
- наименование предприятия-изготовителя;
- номер партии и дату изготовления;
- вид упаковки;
- дату и время отбора пробы;
- фамилию, имя лица, проводившего отбор пробы.

В акт отбора можно вносить дополнительную информацию, которая позволяет уточнять и однозначно идентифицировать условия данного отбора, а также способ отбора проб.

Объединенную пробу снабжают этикеткой, содержащей информацию из акта отбора пробы и доставляют в лабораторию.

4.2.8 Взятие навесок твердого, жидкого ПГР и особенности подготовки пробы ПГРдф и КМ для проведения испытаний

4.2.8.1 Взятие навески твердого, жидкого ПГР для проведения испытаний осуществляют без пересчета на основное действующее вещество (основное химическое вещество).

4.2.8.2 Особенности подготовки пробы перед проведением испытаний ПГРдф

ПГРдф состоит из двух фаз — твердой и жидкой и работает только при их совместном присутствии.

Рекомендуемое соотношение твердой и жидкой фаз 70—80/30—20 означает, что для производства продукта берут от 70 % масс. до 80 % масс. твердой фазы и от 30 % масс. до 20 % масс. жидкой фазы.

Для проведения испытания готовят ПГРдф смешением твердой фазы (75 ± 5) % масс. и жидкой фазы (25 ± 5) % масс.

Расчет массы твердой ($m_{тв.ф}$), г, и жидкой ($m_{ж.ф}$), г, фаз проводят по формулам:

$$m_{тв.ф} = \frac{m\ k}{100}, \tag{6}$$

$$m_{ж.ф} = m - m_{тв.ф}, \tag{7}$$

где m — масса пробы, требуемая для испытания по методике измерений, г;

k — массовая доля твердой фазы (75 ± 5) % масс.

Расчет объема жидкой фазы ($V_{ж.ф}$), см^3, проводят по формуле

$$V_{ж.ф} = \frac{m_{ж.ф}}{\rho_{ж.ф}}, \tag{8}$$

где $\rho_{ж.ф}$ — плотность жидкой фазы, г/см^3.

На навеску твердой фазы наносят жидкую фазу. Рекомендуется проводить нанесение жидкой фазы при помощи кнопочного распылителя для медицинских препаратов с объемом распыления при одном нажатии (0,10—0,14) см^3.

Если по методике испытания требуется приготовление водного раствора ПГРдф, то рассчитанные массы твердой и жидкой фаз вносят непосредственно в воду, без предварительного смешивания фаз.

Для приготовления водного раствора ПГРдф с заданной массовой долей необходимо учитывать массовую долю воды, содержащуюся в жидкой фазе.

Расчет объема воды (V_{H_2O}), см^3, для приготовления раствора с заданной массовой долей проводят по формулам:

$$V_{H_2O} = \frac{\left(m_{т.ф} + m_{со\ ж.ф}\right) \cdot 100}{C \cdot \rho_{H_2O}} - m, \quad (9)$$

$$m_{со\ ж.ф} = \frac{m_{ж.ф} \cdot M_{со}}{100}, \quad (10)$$

где $m_{со\ ж.ф.}$ — масса сухого остатка, содержащаяся в навеске жидкой фазы, г;

C — массовая доля растворимых солей, требуемая по методике, %;

ρ_{H_2O} — плотность воды (принимается равной 1,0), г/см^3;

$M_{со}$ — массовая доля растворимых солей (концентрация) в жидкой фазе, %.

4.2.8.3 Расчет взятия навесок КМ

Фрикционный материал в составе КМ не является основным химическим веществом в ПГМ и с химической точки зрения является инертным, но химическая часть КМ является коррозионно-активной и агрессивной по отношению к цементобетону, металлу и коже обуви, поэтому для определения максимальной агрессии при определении коррозионной активности на металл, агрессивного воздействия на цементобетон, степени воздействия на кожу обуви при взятии массы навески проводят перерасчет на основное действующее вещество.

КМ для испытания берут в естественном состоянии. Массовую долю фрикционной части в КМ определяют по 4.12.

а) Расчет массы навески КМ в естественном состоянии для проведения конкретных испытаний в пересчете на основное вещество выполняют по формуле

$$m_{КМ} = \frac{M \cdot 100}{X}, \quad (11)$$

где $m_{КМ}$ — навеска КМ, необходимая для проведения испытания, г;

X — массовая доля основного действующего вещества в КМ, %;

M — требуемая масса навески по методике, г.

Например, при определении плавящей способности требуемая масса навески M 2 г, содержание основного действующего вещества в КМ составляет 56 % по массе, находят массу навески КМ в пересчете на основное вещество, необходимую для проведения испытания

$$m_{КМ} = \frac{2 \cdot 100}{56} = 3{,}57 \text{ г}.$$

б) Расчет массы навески КМ при приготовлении растворов в пересчете на основное вещество выполняют по формулам:

$$m_{КМ} = \frac{N \cdot 100}{X}, \quad (12)$$

$$m_{воды} = 100 - N, \quad (13)$$

где $m_{КМ}$ — навеска КМ, необходимая для приготовления 100 г раствора, г;

X — массовая доля основного действующего вещества в КМ, %;

M — требуемая масса навески по методике, г;

N — требуемая концентрация для приготовления раствора, %;

$m_{воды}$ — масса воды, необходимая для приготовления 100 г раствора, г.

Для приготовления необходимого количества раствора проводят соответствующий расчет.

Например, для приготовления 10 %-ного раствора для коррозионной активности в КМ содержание основного действующего вещества в КМ составляет 52 % по массе; находят массу навески КМ и массу воды для приготовления 100 г раствора

$$m_{КМ} = \frac{10\ 100}{52} = 19{,}2 \text{ г},$$

$$m_{воды} = 100 - 10 = 90 \text{ г}.$$

Если необходимо приготовить 5000 г раствора, то соответственно умножают массу навески и воды на 50 (5000 г/100 г = 50).

При определении однородности комбинированного материала, во избежание большой погрешности метода, проводят перерасчет на основное действующее вещество фракции ПГМ на каждом сите.

При проведении испытаний прочих показателей КМ берут либо в естественном состоянии либо в размолотом, как это указано в методике.

4.2.9 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей проводят повторное испытание из удвоенного объема выборки, отобранной от той же партии проверочным способом отбора проб. Результаты испытаний распространяются на всю партию.

4.2.10 При получении неудовлетворительных повторных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей всю партию бракуют.

4.3 Определение интенсивности запаха, внешнего вида, цвета, формы гранул и однородности ПГМ

Первоначально определяют интенсивность запаха, а затем внешний вид, цвет, форму гранул и однородность ПГМ.

4.3.1 Определение интенсивности запаха

Настоящая методика устанавливает определение интенсивности запаха твердых, жидких и двухфазных ПГР, КМ и ФМ.

4.3.1.1 Сущность метода

Метод основан на обонятельных ощущениях оператора, вызываемых летучими компонентами ПГМ, обусловленными видом сырья и технологией его производства или посторонними запахами, вызываемыми упаковочными материалами, условиями хранения и транспортирования.

4.3.1.2 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, посуде, реактивам и материалам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2200 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- цилиндры мерные 1-50-2, 1-250-2 по ГОСТ 1770;
- колба коническая Кн-1-100-14/23 ТХС(ХС) по ГОСТ 25336;
- дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709;
- мельница лабораторная любого типа для твердых объектов или ступка с пестиком по ГОСТ 9147;
- дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

4.3.1.3 Требования к персоналу

К проведению определения запаха допускают испытателей, имеющих физические возможности для его проведения, прошедших подготовку и проверку практического умения в области органолептического анализа по данному стандарту.

Операторы должны уметь выражать и интерпретировать свои первоначальные ощущения. Особенно важно умение концентрироваться и не поддаваться внешнему воздействию.

Операторы не должны принимать лекарств, которые могут ослабить чувственное восприятие (например, спиртосодержащие настойки), до и во время проведения тестов.

Операторы не должны использовать ароматизированную косметику до и во время проведения исследований. Кроме того, следует воздержаться от курения или контакта с курильщиками или сильными запахами по крайней мере за 1 ч до выполнения анализа.

Операторы не допускаются к выполнению органолептических определений при наличии факторов здоровья, влияющих на исполнение работ и их результаты.

Оператор должен сообщить ответственному исполнителю (руководителю лаборатории) о наличии у него таких факторов, как:

- насморк;
- аллергические реакции;
- зубная и головная боль.

4.3.1.4 Требования к помещению, химической посуде

Помещение для определения органолептических показателей должно быть хорошо освещенным, чистым, изолированным от посторонних запахов. Посуда, используемая для органолептического анализа, должна быть чистой и без посторонних запахов.

4.3.1.5 Подготовка проб

Для определения интенсивности запаха ПГРт, КМ и ПГРдф готовят водный раствор с массовой долей 20 %. Для приготовления водного раствора с массовой долей 20 % ПГМ берут с естественной влажностью. Массу навески фиксируют до второго десятичного знака.

Интенсивность запаха фрикционных материалов определяют без разбавления водой.

Интенсивность запаха ПГРж определяют в нативном состоянии.

а) Приготовление водного раствора с массовой долей 20 % из ПГРт и КМ.

Масса мерной пробы ПГМ для приготовления раствора должна быть не менее 10,0 г.

Для определения интенсивности запаха твердых ПГР и комбинированных ПГМ готовят не менее 50 $см^3$ раствора.

Для приготовления раствора из ПГРт и КМ допускается брать мерную пробу как из аналитической пробы продукта в естественном состоянии, так и из размола. Пробу ПГМ берут с естественной влажностью.

Берут навеску ПГРт или КМ массой (10 ± 0,1) г, массу навески фиксируют до второго десятичного знака.

Навеску ПГМ переносят в стеклянную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 40 $см^3$ дистиллированной воды, отмеренной с помощью мерного цилиндра вместимостью 50 $см^3$.

б) Подготовка пробы ПГРдф по 4.2.8.2. Для определения интенсивности запаха готовят не менее 50 $см^3$ раствора.

в) Подготовка проб ПГРж

Объем мерной пробы ПГРж должен быть не менее 50 $см^3$.

г) Подготовка проб ФМ

Масса мерной пробы ФМ должна быть не менее 50 г.

ФМ измельчают в мельнице. Допускается использовать ФМ после раздавливания при определении на дробимость.

4.3.1.6 Выполнение испытаний

Пробы помещают в чистую стеклянную колбу с притертой крышкой, заполняют объем колбы примерно на 3/4, закрывают крышкой и выдерживают при комнатной температуре в течение 1 ч.

Перед определением запаха колбу несколько раз перемешивают вращательными движениями, после чего колбу открывают и определяют характер и интенсивность запаха. Интенсивность запаха анализируемой пробы определяют на уровне края емкости сразу же после открывания крышки.

При определении запаха рекомендуется делать короткие вдохи не более трех раз, чтобы не притупить свои ощущения. При продолжительном контакте пахучих веществ со слизистой оболочкой носа происходит адаптация, приводящая к снижению чувствительности.

4.3.1.7 Обработка результатов испытаний

Интенсивность запаха ПГМ оценивают по трехбалльной системе в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Интенсивности запаха

Интенсивность запаха	Характер проявления запаха	Оценка интенсивности запаха, балл
Нет или слабая	Запах не ощущается либо ощущается слабо и не вызывает неодобрительную реакцию	1
Заметная	Запах легко замечается и вызывает неодобрительную реакцию	2
Сильная	Запах сильный и заставляет воздержаться от контакта с продуктом	3

4.3.2 Определение внешнего вида, цвета и формы гранул

Настоящая методика устанавливает определение внешнего вида, цвета и формы гранул ПГРт, твердой фазы ПГРдф, КМ и ФМи определение внешнего вида и цвета ПГРж, жидкой фазы ПГРдф.

Масса мерной пробы ПГМ должна быть не менее 300 г.

4.3.2.1 Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, вспомогательным устройствам

При проведении испытаний используют:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- стакан В-1-250 ТС по ГОСТ 25336.

4.3.2.2 Выполнение испытаний

Для определения внешнего вида, цвета и формы гранул твердого продукта берут около 300 г пробы, рассыпают тонким слоем на чистый лист белой бумаги (например, фильтровальной) размером (500×500) мм и визуально определяют внешний вид, цвет и форму гранул по таблице А.1 (приложение А).

ПГРж наливают в химический стакан из прозрачного стекла, емкостью не менее 250 мл, визуально определяют наличие/отсутствие механических примесей, прозрачность или цвет продукта.

Оператор проводит оценку показателей.

Если все показатели соответствуют требованиям нормативной документации на продукцию, оператор фиксирует положительные результаты. Если хотя бы по одному показателю по 4.3.1 и 4.3.2 у оператора возникают сомнения или ставится несоответствие, то он привлекает к определению еще не менее двух операторов, квалификация которых соответствует 4.3.1.3. Заключение делают на основании мнения большинства операторов.

4.3.3 Определение однородности состава твердых ПГМ

Настоящая методика устанавливает способ определения однородности ПГРт, твердой фазы ПГРдф и КМ.

4.3.3.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в визуальном определении однородности продукта по физическим свойствам — по однородности формы и цвета гранул, и по химическим свойствам — количественном определении входящих в ПГМ компонентов.

Количественный химический анализ заключается в определении массовой доли компонентов в ПГРт и в химической части КМ и в сравнении полученного результата на соответствие заявленного химического состава производителем или поставщиком продукта согласно паспорту качества и/или протоколу испытаний, выданному лабораторией (центром), аккредитованной в национальной системе аккредитации в области аккредитации, предусматривающей возможность осуществления деятельности по подтверждению соответствия противогололедных материалов.

4.3.3.2 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, посуде, реактивам и материалам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- влагомер с диапазоном измерений от 0,05 % до 99,95 %, пределом допускаемой абсолютной погрешности ±0,05 %;
- сушильный шкаф, обеспечивающий диапазон температур от 50 °С до 250 °С с погрешностью регулирования температуры ±5 °С;
- вибропривод для рассева фракций;
- наборы сит с крышкой и поддоном, сита с квадратными отверстиями ячеек размерами 4 мм, 2 мм с просеивающей поверхностью из перфорированного листа или сита с типом ситовой поверхности по ГОСТ Р 51568;
- кисть мягкая малярная № 18, 20;
- противни металлические или чашки фарфоровые 5 (6,7,8) по ГОСТ 9147;
- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

4.3.3.3 Подготовка проб

Масса мерной пробы ПГМ для определения однородности составляет (250—300) г., то есть масса, достаточная для рассева продукта на сите диаметром 20 см (по 4.11.4.1).

Определение однородности состава проводится для ПГМ с его естественной влажностью. Если же влажность ПГМ более 1,0 % масс, рекомендуется просушить пробу в течение 2—3 ч при температуре ниже температуры разложения составляющих компонентов ПГМ. Например, при входящем в состав ПГМ хлориде магния или карбамиде рекомендуемая температура сушки не выше 65—70 °С, при входящем в состав ПГМ хлористом калии или формиате натрия рекомендуемая температура сушки не выше 100—105 °С.

4.3.3.4 Выполнение визуального контроля при определении однородности

Однородность твердого ПГМ по цвету и форме гранул определяют визуально по 4.3.2. В комбинированном материале фрикционная часть в визуальном контроле не рассматривается.

Заключение заносят в рабочий журнал.

4.3.3.5 Выполнение количественного химического испытания при определении однородности

Для выполнения количественного химического испытания используется тот же образец, что и при визуальном контроле.

Пробу рассевают на ситах с квадратными отверстиями с номинальным размером ячейки 2 мм и 4 мм на три фракции — выше 4 мм, от 2 до 4 мм и менее 2 мм.

Для ПГРт и твердой фазы ПГРдф проводят единичные испытания для каждой из трех полученных фракций на определение массовой доли компонентов по методикам измерений, аттестованным в установленном порядке в соответствии с ГОСТ Р 8.563 и ГОСТ Р ИСО 5725-6.

В случае определения однородности химической части КМ после рассева проводится взвешивание каждой фракции раздельно и определение массовой доли компонентов из всей массы (каждой фракции) по методикам измерений, аттестованным в установленном порядке в соответствии с ГОСТ Р 8.563 и ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Процедуру определения однородности химической части комбинированного материала проводят со следующим дополнением:

- фракцию переносят в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в 300 см^3 дистиллированной воды, нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 мин. Содержимое стакана охлаждают до комнатной температуры и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 при массе навески до 50 г или в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 при массе навески до 100 г, или мерную колбу вместимостью 2000 см^3 при массе навески более 100 г, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» или «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата. Фильтрат является исходным раствором для определения массовой доли химических компонентов:

- расчет массовой доли химических компонентов в КМ проводят без учета фрикционной части по формуле

$$C_i = \frac{C_{КМ} \cdot 100}{100 - X_{фч}}, \quad (14)$$

где i — номер фракции;

$C_{КМ}$ — массовая доля химического компонента в i-й фракции (по методике измерений, аттестованной в установленном порядке), %;

$X_{фч}$ — массовая доля фрикционной части в i-й фракции (по 4.12), %.

Определение массовой доли ФМ проводят по 4.12 с каждого сита раздельно.

Примечание — При определении однородности берется столько КМ, сколько его фактически получилось на сите, отмывка фрикционной части от химической проводится с каждого сита раздельно.

Полученные данные заносят в таблицу.

Таблица 2 — Испытание ПГМ на однородность (образец)

Компонент	Фракции ПГМ, мм			Среднее значение, % масс.	Отклонение, % отн.
	более 4	2—4	0—2		
	C_1	C_2	C_3	$C_{ср}$	X_i
Наименование компонента	значения	значения	значения	значения	значения
Наименование компонента	значения	значения	значения	значения	значения
Наименование компонента	значения	значения	значения	значения	значения

4.3.3.6 Обработка результатов количественного химического испытания

Расчет единичного определения массовой доли компонента (C_i), %, проводятся по методикам измерений, аттестованным в установленном порядке.

Расчет отклонения X_i, % отн, выполняют по формуле

$$X_i = \frac{C_{max} - C_{min}}{C_{ср}} \cdot 100, \quad (15)$$

где i — номер фракции;

C_{min} — минимальное значение массовой доли компонента в i-й фракции, %;

C_{max} — максимальное значение массовой доли компонента в i-й фракции, %;

$C_{ср}$ — средняя массовая доля компонента в трех фракциях, %.

100 — коэффициент пересчета в проценты.

ПГМ признается однородным по всем компонентам, заявленным поставщиком и/или производителем или указанным в условиях контракта, если в каждой части фактическое относительное отклонение X_i, приведенное в таблице 4, не превышает допустимое относительное отклонение X, приведенное в таблице 3.

ПГМ признается неоднородным, если фактическое относительное отклонение X_i хотя бы по одному компоненту, заявленному поставщиком и/или производителем или указанному в условиях контракта в какой-либо из частей, превышает допустимое отклонение X.

Таблица 3 — Диапазон измерений, значения отклонения при определении однородности состава твердых ПГМ

Тип ПГМ	Диапазон измерения массовой доли компонента в ПГМ, %	Допустимое отклонение X, % отн.
ПГРт	От 5,0 до 25,0 включ.	25
	Св. 25,0	15
КМ	От 5,0 до 25,0 включ.	35
	Св. 25,0	20

Условный пример определения однородности состава ПГМ приведен в таблице 4 и таблице 5.

Таблица 4 — Испытания многокомпонентного ПГР-1 (с примером № 1)

Компонент	Фракции ПГР, мм			Среднее значение, % масс.	Фактическое отклонение, % отн.
	более 4	2—4	0—2		
	C_1	C_2	C_3	$C_{ср}$	X_i
Хлорид натрия	64,1	66,6	68,3	66,3	6,3
Хлорид кальция	21,5	20,7	17,9	20,0	18,0
Формиат натрия	8,4	7,9	8,6	8,3	8,4

При испытаниях фактическое отклонение X_i не превысило допустимых значений X. Из чего следует, что данный многокомпонентный ПГР является однородным.

Таблица 5 — Испытания многокомпонентного ПГР-2 (с примером № 2)

Компонент	Фракции ПГР, мм			Среднее значение, % масс.	Фактическое отклонение, % отн.
	более 4	2—4	0—2		
	C_1	C_2	C_3	$C_{ср}$	X_i
Хлорид натрия	93,5	78,8	11,1	61,1	134,8
Хлорид кальция	1,6	15,5	60,2	25,8	227,4
Формиат натрия	0,1	0,9	24,4	8,4	289,3

При испытаниях фактическое отклонение X_i превысило допустимые значения X. Из чего следует, что данный многокомпонентный ПГР является неоднородным.

Однородность ПГРт, состоящего из двух и более компонентов, как правило, достигается объединением всех компонентов в единую гранулу путем компактирования (уплотнения сыпучих материалов между вращающимися валками с последующим дроблением полученной плитки), коутинга (получение гранулы, состоящей из нескольких компонентов, путем их многократного последовательного наслаивания) или иным производственным способом.

Допускается полученное среднее значение массовых долей компонентов в ПГМ использовать для проверки соответствия химического состава партии ПГМ заявленному составу поставщиком и/или производителем или требованиям контракта.

4.3.3.7 Оформление результатов определения однородности ПГМ

По факту проведения визуального и химического контроля формируется заключение.

В случае положительного результата по обоим видам контроля делается заключение однородности ПГМ.

При отрицательном заключении хотя бы по одному из видов контроля делается заключение неоднородности ПГМ.

4.4 Определение массовой доли растворимых солей

Определение массовой доли ПГРж и жидкой фазы ПГРдф определяют по методикам, аттестованным в установленном порядке в соответствии с ГОСТ Р 8.563 и ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Допускается рассчитывать массовую долю растворимых солей как сумму отдельных растворимых соединений в ПГР.

4.5 Определение плотности ПГРж

Определение плотности ПГРж и жидкой фазы ПГРдф осуществляется в соответствии с ГОСТ 18995.1.

Испытание ПГРж и жидкой фазы ПГРдф осуществляется в нативном состоянии.

4.6 Определение показателя активности ионов водорода (pH)

Настоящая методика устанавливает определение показателя активности ионов водорода ПГРт, ПГРж, ПГРдф и КМ.

4.6.1 Сущность метода

Потенциометрический метод измерений величины pH основан на измерении ЭДС электродной системы, состоящей из погруженного в испытуемый раствор ПГРж или в водный раствор ПГРт, ПГРдф, КМ стеклянного электрода, потенциал которого определяется активностью водородных ионов, и вспомогательного электрода сравнения с известным потенциалом.

4.6.2 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, посуде, реактивам и материалам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2200 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- иономер или pH-метр лабораторный, обеспечивающий измерение показателя активности водородных ионов от 0 до 14 pH с пределами допускаемой основной погрешности ±0,05 pH, с ценой деления шкалы не более 0,05 pH;
- электрод стеклянный ЭС-10603/7 (К80.7) по ГОСТ 22261;
- электрод сравнения ЭСр-10103-3,5 (К 80.4) по ГОСТ 22261;
- колба мерная 1-1000-2 по ГОСТ 1770;
- цилиндры мерные 1-100-2, 1-250-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770;
- стандарт-титры для приготовления буферных растворов с пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,03 pH при 25 °С по ГОСТ 8.135;
- дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709;
- делитель проб (квартователь), обеспечивающий равномерность разделения пробы по массе с относительной погрешностью не более 15 %;
- мельница лабораторная любого типа для твердых объектов или ступка с пестиком по ГОСТ 9147;
- мешалка магнитная;
- стакан полипропиленовый емкостью 100 $см^3$;
- стакан емкостью 250 $см^3$ ТС по ГОСТ 25336;
- стаканчики для взвешивания СВ-34/12 по ГОСТ 25336;
- воронка В-75-80 ХС по ГОСТ 25336;
- бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026;
- склянки с притертой пробкой из темного стекла для хранения реактивов вместимостью 500 $см^3$ и 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336;
- палочка стеклянная;
- дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

4.6.3 Порядок подготовки к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят подготовку посуды, подготовку растворов, подготовку электродов и иономера (или pH-метра), отбор и подготовку проб.

4.6.3.1 Подготовка посуды

Вся посуда для проведения испытаний должна быть чистой и сухой. Посуду промывают в соответствии с инструкцией по мытью химической посуды, действующей в организации.

4.6.3.2 Приготовление буферных растворов

Буферные растворы для градуировки иономера готовят и хранят в соответствии с инструкцией по приготовлению буферных растворов.

4.6.3.3 Подготовка электродов и прибора

Подготовку электродов осуществляют в соответствии с паспортом на электроды.

4.6.3.4 Подготовку иономера (или pH-метра) осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации, прилагаемым к прибору. Градуировку осуществляют по стандартным буферным растворам.

4.6.3.5 Подготовка проб

Для определения показателя активности ионов водорода (pH) ПГРт, ПГРдф, КМ готовят водный раствор с массовой долей 20 %. Масса мерной пробы ПГМ для приготовления раствора должна быть не менее 100 г.

Подготовка пробы ПГРдф по 4.2.8.2.

Для приготовления водного раствора с массовой долей 20 % ПГРт и КМ пробу берут с естественной влажностью.

Массу навески фиксируют до второго десятичного знака. Приготовление раствора осуществляют в стакане вместимостью 250 $см^3$ и перемешивают с помощью магнитной мешалки или стеклянной палочки до видимого растворения пробы.

Готовят два раствора (из двух навесок пробы) для двух параллельных определений.

Пробу ПГРж и жидкой фазы ПГРдф берут в нативном состоянии. Объем мерной пробы должен быть не менее 200 $см^3$.

При наличии в растворе механических примесей раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

4.6.4 Выполнение измерений

Для выполнения измерений наливают 100 $см^3$ раствора, приготовленного по 4.6.3.5, в цилиндр вместимостью 100 $см^3$ и переносят в полипропиленовый стакан вместимостью 100 $см^3$, стакан устанавливают на магнитную мешалку. Затем погружают в раствор электрод сравнения и стеклянный электрод, предварительно промытые дистиллированной водой и осушенные фильтровальной бумагой. Электроды не должны касаться стенок и дна стакана.

Перемешивают раствор при помощи магнитной мешалки.

Показатель активности ионов водорода (pH) измеряют согласно прилагаемому к иономеру руководству по эксплуатации. После того, как показания прибора примут установившееся значение, снимают показания величины pH по шкале прибора.

Проводят два параллельных определения.

После измерений электроды ополаскивают дистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой.

4.6.5 Обработка результатов измерений

Показания с прибора снимают до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака соответственно.

За окончательный результат измерений показателя активности ионов водорода (pH) принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости (см. 4.1.5): абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости (*r*), установленного в таблице 6.

Таблица 6 — Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения показателя активности ионов водорода (pH)

Диапазон измерения показателя активности ионов водорода (pH)	Границы абсолютной погрешности (показатель точности при $P = 0,95$), $\pm \Delta$	Среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости), σ_r, pH	Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), σ_R, pH	Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при $P = 0,95$), r, pH
От 0 до 14 включ.	0,2	0,05	0,12	0,15

4.6.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

4.7 Определение массовой доли основных действующих веществ

Производитель продукции должен указать в документе о качестве продукта химический состав ПГМ (номенклатуру входящих компонентов) и нормативный документ на данный вид продукции.

Анализ химического состава ПГМ осуществляют по методикам, аттестованным в установленном порядке в соответствии с ГОСТ Р 8.563 и ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Сумма массовых долей химических компонентов состава ПГМ принимается за массовую долю основных химических (действующих) веществ. Фрикционный материал не относится к основному действующему веществу.

4.8 Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка

Настоящая методика устанавливает определение массовой доли нерастворимого в воде остатка в ПГРт, ПГРж, а также в твердой и жидкой фазе ПГРдф.

4.8.1 Сущность метода

Метод основан на растворении заданной массы пробы ПГМ в воде при определенных условиях, последующем фильтровании полученного раствора, высушивании и взвешивании нерастворимого остатка.

4.8.2 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, посуде, реактивам и материалам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 220 г и действительной ценой деления шкалы 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий температуру нагрева от 50 °С до 250 °С, с погрешностью регулирования температуры ±5 °С;
- термометр для измерения температуры от 0 °С до 250 °С с ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498;
- дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709;
- водяная баня с температурой нагрева до 100 °С;
- электроплитка закрытого типа по ГОСТ 14919;
- мельница лабораторная любого типа для твердых объектов или ступка фарфоровая по ГОСТ 9147;
- делитель проб (квартователь), обеспечивающий равномерность разделения пробы по массе с относительной погрешностью не более 15 %;
- колба мерная 1-100-2 по ГОСТ 1770;
- цилиндры 1–10–2, 3-250-2 по ГОСТ 1770;
- воронка В-56-80 ХС или В-75-110 ХС по ГОСТ 25336;
- колба коническая Кн-1-500-29/32 ТХС(ХС) по ГОСТ 25336;
- стакан В-1-250 ТС или В-1-400 ТС по ГОСТ 25336;
- стаканчики для взвешивания СВ-34/12 или СН-60/14 по ГОСТ 25336;
- стекло «часовое», диаметр стекла 150 мм;
- эксикатор 1(2)-190(250) по ГОСТ 25336;
- склянки с притертой пробкой из темного стекла для хранения реактивов вместимостью 100 $см^3$, 500 $см^3$;
- палочка стеклянная;
- кальций хлористый технический по ГОСТ 450;
- кислота азотная, ч.д.а., по ГОСТ 4461;
- серебро азотнокислое, ч.д.а., по ГОСТ 1277;
- дистиллированная вода по ГОСТ 6709;
- фильтры бумажные беззольные «синяя лента» или «белая лента» по [2].

4.8.3 Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят подготовку посуды, приготовление растворов, подготовку бумажного обеззоленного фильтра, отбор и подготовку проб.

4.8.3.1 Подготовка посуды

Вся посуда для проведения испытаний должна быть чистой и сухой. Посуду промывают в соответствии с инструкцией по мытью химической посуды, действующей в организации.

4.8.3.2 Приготовление водного раствора азотнокислого серебра с массовой долей 0,5 %

Навеску азотнокислого серебра 0,5 г при помощи воронки лабораторной переносят в мерную колбу объемом 100 $см^3$, содержащую 20 $см^3$ дистиллированной воды, отмеренной цилиндром вместимостью 25 $см^3$. Затем в эту же колбу цилиндром вместимостью 10 $см^3$ отмеряют 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 1 года. При появлении опалесценции, осадка, хлопьев раствор фильтруют.

4.8.3.3 Подготовка бумажного обеззоленного фильтра

Бумажный обеззоленный фильтр «синяя лента» («белая лента») складывают в маркированный стаканчик для взвешивания и высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С в течение 3 ч. Фильтр в стаканчике для взвешивания охлаждают в течение не менее 30 мин в эксикаторе, заполненном адсорбентом, и взвешивают (m_2) с записью результата взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака.

4.8.3.4 Подготовка проб

а) Подготовка проб ПГРт и твердой фазы ПГРдф

Масса мерной пробы ПГРт и твердой фазы ПГРдф должна быть не менее 30 г.

Для приготовления исходного раствора ПГРт и твердой фазы ПГРдф пробу берут с естественной влажностью.

Берут навеску ПГМ массой (10—11) г, массу навески фиксируют до четвертого десятичного знака. Навеску переносят в термостойкий стакан вместимостью 400 см^3 и добавляют около 200 см^3 горячей 70—90 °С дистиллированной воды. Содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой. Готовят два исходных раствора (из двух навесок пробы) для двух параллельных определений.

Стакан с полученным раствором накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 30 мин. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры (20 ± 5) °С.

б) Подготовка проб ПГРж и жидкой фазы ПГРдф

Масса мерной пробы ПГРж и жидкой фазы ПГРдф для определения нерастворимого в воде остатка должна быть не менее 200 г.

ПГРж и жидкую фазу ПГРдф для испытаний берут в нативном состоянии (без разбавления).

4.8.4 Выполнение измерений

Бумажный фильтр, предварительно подготовленный по 4.8.3.3, помещают в воронку лабораторную, смачивают небольшим количеством дистиллированной воды для лучшего прилипания фильтра к воронке и фильтруют через него исходный раствор ПГР, приготовленный по 4.8.3.4, в коническую колбу вместимостью 500 см^3. По окончании фильтрования дают воде полностью стечь, затем осадок на фильтре промывают горячей от 70 °С до 90 °С дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (промывные воды не должны образовывать осадок или сильную муть при добавлении раствора азотнокислого серебра с массовой долей 0,5 %, приготовленного по 4.8.3.2). Общий объем промывных вод должен составлять не менее 350 см^3.

Затем осторожно вынимают фильтр и помещают в тот же стаканчик для взвешивания, в котором его взвешивали до фильтрования.

Фильтр с нерастворимым остатком в стаканчике для взвешивания помещают в сушильный шкаф и высушивают в течение 3 ч при температуре (105±5) °С, затем охлаждают в эксикаторе, заполненном абсорбентом, в течение не менее 30 мин и взвешивают (m_1) с записью результата взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака.

Проводят два параллельных определения.

4.8.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю нерастворимого в воде остатка (X, %) вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \qquad (16)$$

где m_1 — масса стаканчика для взвешивания с фильтром и нерастворимым в воде остатком, г;

m_2 — масса стаканчика для взвешивания с чистым фильтром, г;

m — масса ПГМ, взятая на испытание, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат измерений массовой доли нерастворимого остатка принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости (см. 4.1.5), относительное расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 7.

4.8.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

Таблица 7 — Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения массовой доли нерастворимого остатка

Диапазон измерения массовой доли нерастворимого остатка, %	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P = 0,95$), $\pm \delta$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости), $\sigma_{r,\ отн}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R,\ отн}$, %	Относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при $P = 0,95$), $r_{отн}$, %.
От 0,10 до 2,50 включ.	30	8	15	21

4.9 Определение массовой доли влаги

Определение массовой доли влаги для ФМ осуществляется в соответствии с ГОСТ 33028 или ГОСТ 8269.0.

Определение массовой доли влаги для ПГРт, в твердой фазе ПГРдф и КМ осуществляется в соответствии с ГОСТ Р 54729 со следующим отклонением: температура сушки устанавливается ниже температуры разложения составляющих компонентов ПГМ. Например, при входящем в состав ПГМ хлориде магния или карбамиде рекомендуемая температура сушки не выше 65—70 °С, при входящем в состав ПГМ хлористом калии или формиате натрия рекомендуемая температура сушки не выше 100—105 °С.

Допускается определение массовой доли влаги термогравиметрическим методом с использованием анализатора влажности (например, влагомера электронного МА35 с диапазоном измерений от 0,05 % до 99,95 %, пределом допускаемой абсолютной погрешности ±0,05 %).

4.10 Определение кристаллизационной влаги и примесей

Определение кристаллизационной влаги в ПГРт, твердой фазе ПГРдф осуществляется в соответствии с ГОСТ 33389—2015 (пункт 4.13).

4.11 Определение гранулометрического состава ПГМ

Настоящая методика устанавливает определение гранулометрического состава ПГРт, КМ, ФМ и твердой фазы ПГРдф.

4.11.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в рассеве частиц различной крупности ПГР и фрикционной части ПГМ путем просеивания пробы через набор сит с определенными размерами ячеек, взвешивании фракций с каждого сита и вычислении массовой доли каждой фракции.

4.11.2 Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, вспомогательным устройствам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- влагомер с диапазоном измерений от 0,05 % до 99,95 %, пределом допускаемой абсолютной погрешности ±0,05 %;
- сушильный шкаф, обеспечивающий диапазон температур от 50 °С до 250 °С с погрешностью регулирования температуры ±5 °С;
- вибропривод для рассева фракций;
- наборы сит с крышкой и поддоном, сита с квадратными отверстиями ячеек размерами 10 мм, 5 мм, 1 мм с просеивающей поверхностью из перфорированного листа или сита с типом ситовой поверхности по ГОСТ Р 51568;
- кисть мягкая малярная № 18, 20;
- противни металлические или чашки фарфоровые 5 (6,7,8) по ГОСТ 9147;
- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

4.11.3 Подготовка проб

Масса мерной пробы ПГМ для определения гранулометрического состава рассчитывается по 4.11.4.1.

Определение гранулометрического состава проводится для ПГМ с его естественной влажностью. Если же влажность ПГМ более 1,0 % масс, рекомендуется просушить пробу в течение 2—3 ч при температуре ниже температуры разложения составляющих компонентов ПГМ. Например, при входящем в состав ПГМ хлориде магния рекомендуемая температура сушки не выше 65—70 °С.

4.11.4 Выполнение измерений

4.11.4.1 Определение гранулометрического состава ПГРт, твердой фазы ПГРдф, КМ и ФМ.

Во избежание перегрузки сит масса мерной пробы X г, для определения гранулометрического состава не должна превышать значения рассчитанного сита по формуле

$$X = \frac{\pi D^2 \sqrt{d}}{400}, \quad (17)$$

где D — диаметр сита, мм;

d — минимальный размер зерна целевой фракции ПГМ, мм.

При использовании сита диаметром 20 см рекомендуемая загрузка единичной пробы 250—300 г, то есть мерная проба (два единичных измерения) будет составлять около 600 г, при сите диаметром 30 см и целевой фракции ПГМ (1—5) мм — (600—700) г, то есть мерная проба будет составлять около 1400 г.

Пробу ПГМ просеивают через сита механическим или ручным способом. Сита располагают сверху вниз по степени уменьшения размеров ячеек, заканчивая поддоном.

Выбор продолжительности просеивания механическим способом должен быть таким, чтобы при контрольном просеивании масса остатка на сите через 1 мин просеивания уменьшилась не более чем на 1 %. Продолжительность работы для применяемого прибора устанавливают опытным путем.

При ручном просеивании допускается определять окончание просеивания, интенсивно встряхивая каждое сито над бумагой. Просеивание считается законченным, если при этом не наблюдается падения частиц ПГМ.

Остаток с сита счищают кистью и переносят в соответствующую фракцию для взвешивания.

Частицы, застрявшие в ячейках сит, объединяют с надситовой фракцией.

После рассева содержимое каждого сита взвешивают, записывают результат взвешивания до второго десятичного знака и вычисляют массовую долю каждой фракции гранул ПГМ в процентах.

4.11.4.2 Определение гранулометрического состава фрикционной части КМ

Определение гранулометрического состава фрикционной части КМ проводят по 4.11.4.1, после определения массовой доли фрикционной части КМ по 4.12.

4.11.5 Обработка результатов измерений

4.11.5.1 Массовую долю гранулометрического состава каждой фракции $X_ф$, %, в ПГМ вычисляют по формуле

$$X_ф = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (18)$$

где m_1 — масса фракции, г;

m — общая масса анализируемой пробы, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Вычисление проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат измерений массовой доли гранулометрического состава принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по 4.1.5: относительное расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 8.

Таблица 8 — Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения гранулометрического состава

Диапазон измерения массовой доли гранулометрического состава, %	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P = 0,95$) $\pm\delta$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости), $\sigma_{r,\,отн}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R,\,отн}$, %	Относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при $P = 0,95$), $r_{отн}$, %
От 0,10 до 10,0 включ.	30	8	15	21
Свыше 10 до 50 включ.	20	5	10	14
Свыше 50 до 100 включ.	10	3	5	7

4.11.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

4.12 Определение массовой доли фрикционной части ПГМ

Настоящая методика устанавливает способ определения массовой доли фрикционной части КМ.

4.12.1 Сущность метода

Определение массовой доли фрикционной части в КМ заключается в отделении фрикционной части ПГМ от химической составляющей ПГМ путем растворения (или иным способом), дальнейшем высушивании и взвешивании отделенной фрикционной части ПГМ.

4.12.2 Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, вспомогательным устройствам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- сушильный шкаф, обеспечивающий диапазон температур от 50 °С до 250 °С с погрешностью регулирования температуры ±5 °С;
- сосуд для отмучивания (рисунок 1, ГОСТ 8269.0—97);
- противни металлические или чашки фарфоровые 5 (6,7,8) по ГОСТ 9147;
- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

4.12.3 Подготовка проб

Масса мерной пробы для проведения определения массовой доли фрикционной части КМ должна быть не менее 600 г. ПГМ берут с естественной влажностью.

4.12.4 Выполнение измерений

Порядок проведения испытаний определения массовой доли фрикционной части КМ определяется путем растворения химической части в воде.

Вначале проводят отмывку фрикционной части от химической части ПГМ в сосуде для отмучивания. Для этого берут навеску ПГМ, не подверженную предварительному рассеиванию, либо объединяют все фракции КМ с сит. Пробу ПГМ массой около 300 г, взвешивают на весах, записывают результат взвешивания до второго десятичного знака, высыпают в сосуд, заливают теплой водой, перемешивают деревянной мешалкой и оставляют в покое на 2 мин. Затем сливают полученную суспензию, оставляя слой над фрикционной частью около 30 мм. Промывку повторяют до тех пор, пока вода после промывки не станет прозрачной.

После окончания отмучивания промытую пробу из сосуда переносят на фильтр, промывают горячей водой до отрицательной реакции на хлор-ион (промывные воды не должны образовывать осадок или сильную муть при добавлении азотнокислого серебра с массовой долей 0,5 %, приготовленного по 4.8.3.2). Затем фильтр с фрикционной частью переносят в фарфоровую выпарительную чашу, распределяя равномерно по дну чаши, затем высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С в течение 2 ч и охлаждают в течение 1 ч. Высушивание повторяют до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более 0,1 % массы навески.

Каждое последующее взвешивание проводят после высушивания в сушильном шкафу в течение 1 ч и охлаждения в течение 1 ч. Результат взвешивания записывают в граммах до второго десятичного знака.

Допускается применение другого метода извлечения фрикционной части из КМ при условии обеспечения сохранности гранулометрического состава фрикционной части.

4.12.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю фрикционной части $X_{фч}$, %, в КМ вычисляют по формуле

$$X_{фч} = \frac{(m_1 - m_2)\cdot 100}{m}, \qquad (19)$$

где m_1 — масса металлического противня или чашки выпарительной с фильтром и фрикционной частью, г;

m_2 — масса металлического противня или чашки выпарительной с чистым фильтром, г;

m — общая масса анализируемой пробы, взятая на испытание, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат измерений массовой доли фрикционной части КМ принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по 4.1.5: относительное расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости r, установленного в таблице 9.

Таблица 9 — Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения массовой доли фрикционной части КМ

Диапазон измерения массовой доли фрикционной части комбинированных ПГМ, %	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P = 0,95$), $\pm\delta$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости), $\sigma_{r,\ отн}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R,\ отн}$, %	Относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при $P = 0,95$), $r_{отн}$, %
От 5,0 до 95 включ.	20	5	10	14

4.12.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

4.13 Определение слеживаемости

Настоящая методика устанавливает определение слеживаемости ПГРт, КМ и ФМ, и твердой фазы ПГРдф.

4.13.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в склонности твердых ПГМ к потере сыпучести и образованию монолитной массы. Метод заключается в визуальном определении наличия слежавшихся частиц (агломератов) в пробе ПГМ, не поддающихся разрушению при умеренном механическом воздействии.

Определение слеживаемости в лаборатории проводится, как правило, совместно с определением внешнего вида продукта. При проверочном отборе допускается определять слеживаемость на месте отбора.

4.13.2 Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, вспомогательным устройствам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026;
- шпатель.

4.13.3 Подготовка к выполнению измерений

При лабораторном испытании масса мерной пробы для определения слеживаемости ПГМ должна быть не менее 300 г.

Выбор отбора проб продукта для испытаний проводится методом случайной выборки. Если продукт уложен в ярусы, то рекомендуется провести отбор с верхнего, среднего и нижнего яруса.

После хранения продукта более 1 мес определение слеживаемости ПГМ осуществляется следующим образом: сначала бросают отобранный мешок с высоты 1 м боковой стороной на ровную твердую плоскость, а затем проводят отбор проб. Визуально ПГМ не должен иметь комков.

Если ПГМ расфасован в большую тару (50 кг и более), подъем тары осуществляется при помощи погрузчика.

Свежеприготовленные или не более 1 мес выработки ПГМ отбирают без сбрасывания мешка.

4.13.4 Выполнение испытаний

При лабораторном испытании около 300 г пробы ПГМ рассыпают тонким слоем на чистый лист бумаги или на предварительно очищенную поверхность размером около (500×500) мм и визуально оценивают наличие слежавшихся частиц (агломератов).

При проверочном отборе определение слеживаемости осуществляют визуально, не допускается наличие комков, не поддающихся разрушению при умеренном механическом воздействии.

4.13.5 Обработка результатов испытаний

Определяют слеживаемость ПГМ следующим образом.

Если в пробе ПГМ не обнаружено слежавшихся частиц (комков) или слипшиеся частицы (комки) при легком нажатии шпателем рассыпаются, то образец считается не склонным к слеживаемости. В данном случае результаты испытаний соответствуют норме.

Если в анализируемой пробе ПГМ слипшиеся частицы или комки при умеренном механическом воздействии не рассыпаются, то образец считается склонным к слеживаемости и не соответствует требованиям стандарта.

4.14 Определение статической прочности гранулы

Статическая прочность в ПГРт и в твердой фазе ПГРдф определяется для гранул размером (2—3) мм в соответствии с ГОСТ 21560.2.

4.15 Определение динамической прочности гранул

Определение динамической прочности гранул в ПГРт и твердой фазе ПГРдф осуществляется в соответствии с ГОСТ 21560.3.

4.16 Определение вязкости

Настоящая методика устанавливает определение вязкости ПГРт, ПГРж, ПГРдф.

4.16.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в измерении калиброванным стеклянным вискозиметром времени истечения, в секундах, определенного объема испытуемых ПГРж или водных растворов ПГРт и ПГРдф под влиянием силы тяжести при постоянной температуре. Кинематическая вязкость является произведением измеренного времени истечения на постоянную вискозиметра. Вязкость (динамическая) является произведением кинематической вязкости на плотность испытуемого раствора ПГР.

4.16.2 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, посуде, реактивам и материалам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- вискозиметры стеклянные капиллярные по ГОСТ 10028;
- держатель, обеспечивающий строго вертикальное крепление вискозиметра, у которого верхняя метка расположена непосредственно над нижней, с погрешностью не более 1 °С по всем направлениям;
- стакан В-2-400 по ГОСТ 25336;
- стаканчики для взвешивания СВ-24/10 по ГОСТ 25336;
- криостат жидкостный с регулируемой температурой, поддерживающий температуру минус 5 °С, обеспечивающий заданную температуру с погрешностью, не превышающей ± 0,1 °С. Для заполнения термостата используют спирт этиловый технический или этиловый ректификационный, или изооктан технический;
- термометры типа ТЛ-4 № 1;
- устройство для измерения времени, обеспечивающее возможность отсчета времени до 0,1 с (или с меньшим делением) и имеющее погрешность не более 0,07 % при снятии показаний в интервале от 200 до 900 с. Допускается использование секундомеров с ценой деления 0,2 с;
- ареометры по ГОСТ 18481 общего назначения с ценой деления 1 кг/м^3 (0,001 г/см^3) или ареометры для нефти с ценой деления 0,5 кг/м^3 (0,0005 г/см^3) или 1 кг/м^3 (0,001 г/см^3);
- цилиндр стеклянный для ареометров по ГОСТ 18481 из бесцветного стекла, с внутренним диаметром больше диаметра ареометра не менее чем на 25 мм;
- фильтры обеззоленные «синяя лента»;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- палочка стеклянная.

4.16.3 Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят подготовку посуды, подготовку вискозиметров, отбор и подготовку проб.

4.16.3.1 Подготовка посуды

Вся посуда для проведения испытаний должна быть чистой и сухой. Посуду промывают в соответствии с инструкцией по мытью химической посуды, действующей в организации.

4.16.3.2 Подготовка вискозиметров

Используют чистые сухие калиброванные вискозиметры с пределами измерения, соответствующими предполагаемой вязкости (для вязкой жидкости — с большим капилляром, для маловязкой — с маленьким капилляром). Время истечения жидкости должно быть в интервале от 200 до 900 с.

4.16.3.3 Подготовка проб

Для определения вязкости ПГРт и ПГРдф готовят водный раствор с массовой долей 20 %.

Вязкость ПГРж определяют в нативном состоянии.

а) Приготовление водного раствора с массовой долей 20 % из ПГРт.

Масса мерной пробы ПГРт для измерения кинематической вязкости должна быть не менее 120 г.

Для приготовления водного раствора с массовой долей 20 % ПГРт берут с естественной влажностью.

Берут навеску ПГРт массой (60 ± 0,1) г, массу навески фиксируют до второго десятичного знака.

Навеску ПГР переносят в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 240 см^3 дистиллированной воды, отмеренной с помощью мерного цилиндра вместимостью 250 см^3, и размешивают стеклянной палочкой до видимого растворения пробы. Раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

Готовят два исходных раствора (из двух навесок пробы) для двух параллельных определений.

б) Приготовление раствора с массовой долей 20 % из ПГРдф.

Подготовка пробы ПГРдф по 4.2.8.2. Для определения готовят не менее 200 см^3 раствора. Перед измерением пробу фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

Готовят два исходных раствора (из двух навесок пробы) для двух параллельных определений.

в) Подготовка ПГРж

Объем мерной пробы ПГРж для определения вязкости должен быть не менее 200 см^3. Перед измерением пробу фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

Для получения результата испытаний проводят два параллельных определения.

4.16.4 Выполнение испытаний

Для выполнения испытания ПГМ берут водный раствор с массовой долей 20 % и наливают 100 см^3 в химический стакан вместимостью 150 см^3, берут вискозиметр и из стакана с помощью груши заполняют вискозиметр до метки испытуемым раствором ПГМ. Затем вискозиметр помещают в криостат при температуре минус (5 ± 0,1) °С.

Наполненный вискозиметр выдерживают в термостате в течение 30 мин, чтобы он достиг температуры испытания. Если один криостат используется для нескольких вискозиметров, нельзя погружать или вынимать вискозиметры из бани криостата, пока хотя бы один вискозиметр находится в рабочем состоянии. Так как время нахождения в криостате будет меняться в зависимости от оборудования, температуры и кинематических вязкостей, время температурного равновесия достигается экспериментально.

После того, как проба с раствором ПГР достигла температурного равновесия, доводят объем образца до требуемого уровня, если этого требует конструкция вискозиметра.

Используя подсос или давление, устанавливают высоту столбика образца в капилляре вискозиметра до уровня, находящегося приблизительно на 7 мм выше первой временной метки, если в инструкции по эксплуатации вискозиметра не установлено другое значение.

При свободном истечении образца определяют с точностью до 0,1 с время, необходимое для перемещения мениска от первой до второй метки. Если время истечения меньше установленного минимального, подбирают вискозиметр с меньшим диаметром капилляра и повторяют определение. Повторяют определение для получения второго значения и записывают результат.

4.16.5 Обработка результатов испытаний

Кинематическую вязкость ПГР (V, мм^2/с) в анализируемой пробе вычисляют по формуле

$$V = K \cdot t, \tag{20}$$

где K — постоянная вискозиметра, мм^2/с^2;

t — время истечения, с.

Динамическую вязкость ПГР, сП в анализируемой пробе вычисляют на основании кинематической вязкости по формуле

$$\text{сП} = V \cdot \rho \cdot 10^{-3}, \tag{21}$$

где ρ — плотность раствора ПГМ при температуре определения кинематической вязкости, кг/м^3.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака с указанием температуры испытаний.

За окончательный результат определения вязкости принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по 4.1.5: относительное расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 10.

4.16.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

Таблица 10 — Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения вязкости

Диапазон определения динамической вязкости, сП	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P = 0.95$), $\pm\delta$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости), $\sigma_{r,\,отн}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R,\,отн}$, %	Относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при $P = 0,95$), $r_{отн}$, %,
От 0,5 до 5,5 включ.	20	5	10	13

4.17 Определение температуры начала кристаллизации

Настоящая методика устанавливает определение температуры начала кристаллизации ПГРт, ПГРж и ПГРдф.

4.17.1 Сущность метода

Метод испытаний заключается в установлении температуры, при которой происходит образование первых кристаллов в охлаждаемой жидкой пробе ПГР.

4.17.2 Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, вспомогательным устройствам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- морозильная камера или камера тепла-холода, обеспечивающая достижение и поддержание температуры в рабочей камере не выше минус (30 ± 2) °С;
- цилиндр 1-100-2; 1-250-2 по ГОСТ 1770;
- термометры ТИН-8 с диапазоном измерения от минус 80 °С до плюс 20 °С, ценой деления 0,5 °С и пределами допускаемой погрешности ±1 °С по ГОСТ 400;
- термометр ТЛ-2 с диапазоном измерения от 0 °С до плюс 100 °С с ценой деления 1 °С;
- стакан В-1-400 ТС по ГОСТ 25336;
- воронка лабораторная В-100-150 ХС по ГОСТ 25336;
- цилиндр 1-31/215 без градуировки вместимостью 100 см^3 ГОСТ 18481;
- стаканчики для взвешивания СВ-14/8, СВ-34/12 по ГОСТ 25336;
- палочка стеклянная;
- фильтры бумажные обеззоленные «белая лента»,
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.17.3 Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят подготовку посуды, приготовление растворов, отбор и подготовку проб.

4.17.3.1 Подготовка проб

Для определения температуры начала кристаллизации ПГРт и ПГРдф готовят водный раствор с массовой долей 20 %.

Температуру начала кристаллизации ПГРж определяют в нативном состоянии.

а) Приготовление водного раствора с массовой долей 20 % из ПГРт

Масса мерной пробы ПГРт для приготовления раствора должна быть не менее 120 г.

Для приготовления водного раствора с массовой долей 20 % ПГРт берут с естественной влажностью.

Берут навеску ПГРт массой (60 ± 0,1) г, массу навески фиксируют до второго десятичного знака. Навеску ПГР переносят в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 240 см^3 дистиллированной воды, отмеренной с помощью мерного цилиндра вместимостью 250 см^3, и перемешивают с помощью магнитной мешалки или стеклянной палочки до видимого растворения пробы.

Готовят два раствора (из двух навесок пробы) для двух параллельных определений.

При наличии в растворе механических примесей раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата. Раствор разливают по 100 см^3 в цилиндры емкостью 100 см^3.

б) Приготовление раствора с массовой долей 20 % из ПГРдф

Подготовка пробы ПГРдф по 4.2.8.2. Для определения готовят не менее 200 см^3 раствора. Перед измерением пробу фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

Готовят два исходных раствора (из двух навесок пробы) для двух параллельных определений.

в) Подготовка ПГРж

Объем мерной пробы ПГРж для определения температуры начала кристаллизации должен быть не менее 300 см^3. Перед измерением пробу фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата. Раствор разливают по 100 см^3 в цилиндры емкостью 100 см^3.

Для получения результата испытаний проводят два параллельных определения.

4.17.4 Выполнение испытаний

Цилиндры с раствором помещают в морозильную камеру или камеру тепла-холода. В цилиндры опускают термометры так, чтобы они не касались стенок и дна цилиндра. Камеру закрывают и включают. После установления в закрытой камере температуры минус (10 ± 2) °С через смотровое окно снимают показания термометров в цилиндрах и затем каждые 4 °С понижения температуры в камере.

Температуру, при которой в цилиндре с раствором ПГР появились кристаллы льда, принимают за температуру начала кристаллизации данного раствора.

После испытания цилиндры извлекают из морозильной камеры или камеры тепла-холода и оттаивают на воздухе при комнатной температуре.

4.17.5 Обработки результатов испытаний

Результат температуры начала кристаллизации записывают до первого десятичного знака.

За окончательный результат температуры начала кристаллизации раствора определенной концентрации принимают меньшую по абсолютной величине из двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости по 4.1.5: относительное расхождение между результатами двух параллельных измерений не превышает предела повторяемости (*r*), установленного в таблице 11.

Таблица 11 — Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения температуры начала кристаллизации

Диапазон измерения температуры начала кристаллизации, °С	Границы относительной погрешности (показатель точности при P = 0,95) ±δ, %	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости) $\sigma_{r,\ отн}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R,\ отн}$, %	Относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при P = 0,95), $r_{отн}$, %
От – 5,0 до – 20,0 включ.	14	4	7	10
от – 20,0 до – 40,0 включ.	10	3	5	7

4.17.6 Оформление результата испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

4.18 Определение плавящей способности ПГМ

Настоящая методика устанавливает определение плавящей способности ПГРт, ПГРж, ПГРдф и КМ.

4.18.1 Сущность метода

Метод основан на определении массы льда, расплавленного 1 г ПГМ за определенный интервал времени при заданном температурном режиме.

Температура испытаний ПГРж и ПГРдф при минус (5 ± 2) °С.

Температура испытаний ПГРт и КМ при минус (10 ± 2) °С.

Время испытания (3,0 ± 0,1) ч.

Температура воздуха в помещении, в котором осуществляется испытание, не должна превышать 22 °С.

4.18.2 Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, вспомогательным устройствам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;

- шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне от 50 °С до 250 °С с погрешностью регулирования температуры ± 5 °С;

- морозильная камера или камера тепла-холода, обеспечивающая возможность регулирования и поддержания температуры минус (5 ± 2) °С и минус (10 ± 2) °С;
- водяная баня с температурой нагрева до 100 °С;
- часы электронно-механические кварцевые настольные по ГОСТ 27752;
- стеклянные бюксы с крышками по ГОСТ 25336;
- металлические цилиндрические чаши с плоским дном внутренним диаметром (100 ± 1) мм и высотой (10,0 ± 0,5) мм, толщиной стенок (3,0 ± 0,3) мм из коррозионно-стойкого материала, не теряющие форму и качество при отрицательных температурах воздуха;
- металлический диск из коррозионно-стойкого материала, толщиной (10 ± 2) мм и диаметром не менее 70 мм и не более 95 мм;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- кальций хлористый технический по ГОСТ 450;
- механическая мельница любого типа или ступка с пестиком по ГОСТ 9147.

4.18.3 Подготовка к выполнению испытаний

Перед выполнением измерений проводят подготовку посуды, подготовку льда, отбор и подготовку проб.

4.18.3.1 Подготовка чаши

Металлические цилиндрические чаши маркируют и помещают в сушильный шкаф, выдерживают при температуре (105 ± 5) °С в течение 30 минут. После охлаждения в течение 1 часа в эксикаторе чаши взвешивают, результат взвешивания записывают до второго десятичного знака (m_0).

4.18.3.2 Подготовка льда

Для приготовления льда во взвешенные чаши (m_0) заливают дистиллированную воду в количестве (60 ± 5) мл и устанавливают в морозильную камеру или камеру тепла-холода на ровную плоскую поверхность.

Для испытания лед замораживают при температуре не выше минус 18 °С.

Когда лед полностью образовался, для выравнивания его поверхности применяют алюминиевый диск. Выравнивание осуществляют путем поступательно-возвратного горизонтального вращения диска по поверхности льда. Количество образовавшейся воды должно быть достаточно для выравнивания поверхности. Затем чашу с образовавшейся на поверхности водой вновь помещают в камеру и повторно замораживают.

4.18.3.3 Подготовка проб

а) Подготовка проб ПГРт, твердой фазы ПГРдф и КМ

Масса мерной пробы ПГРт, твердой фазы ПГРдф и КМ должна быть не менее 10 г.

Пробы ПГРт, твердой фазы ПГРдф и КМ растирают на механических истирателях любого типа или вручную в фарфоровой ступке и помещают в стеклянные бюксы. Пробы ПГРт, твердой фазы ПГРдф и КМ берут с естественной влажностью. Для длительного хранения бюксы помещают в эксикатор с водопоглотителем и хранят до проведения испытаний, но не более трех суток.

Для определения плавящей способности берут навеску ПГРт и КМ в количестве 2 г.

Готовят две навески проб для двух параллельных определений.

б) Подготовка проб ПГРж и жидкой фазы ПГРдф

Масса мерной пробы ПГРж или жидкой фазы ПГРдф для определения плавящей способности должна быть не менее 10 г.

ПГРж и жидкую фазу ПГРдф для испытаний берут в нативном состоянии (без разбавления).

Для определения плавящей способности берут навеску ПГРж в количестве 4 г.

Готовят две навески пробы для двух параллельных определений.

в) Подготовка проб ПГРдф

Подготовка пробы ПГРдф по 4.2.8.2.

Готовят две навески пробы для двух параллельных определений.

4.18.4 Выполнение испытаний

Чашу со льдом взвешивают (m_1) с записью результата взвешивания до второго десятичного знака, затем обнуляют вес. На гладкую ровную поверхность льда распределяют ровным слоем навеску ПГРт и КМ в количестве (2,00 ± 0,1) г или ПГРж (4,00 ± 0,1) г. Процедура нанесения должна быть максимально оперативной и продолжаться не более 60 с.

Массу навески фиксируют в граммах до второго десятичного знака.

При испытании ПГРдф сначала на поверхность льда равномерно распределяют навеску твердой фазы (предварительно рассчитанную по 4.2.8.2), а затем при помощи кнопочного распылителя для

медицинских препаратов наносят навеску жидкой фазы (предварительно рассчитанную по 4.2.8.2) непосредственно на навеску твердой фазы. Рекомендуется количество распылений из распылителя для медицинских препаратов предварительно определить опытным путем для уменьшения времени нахождения чашки со льдом вне камеры тепла-холода. Процедура нанесения должна быть максимально оперативной и продолжаться не более 80 с.

Массу навески фиксируют в граммах до второго десятичного знака.

В морозильную камеру или камеру тепла-холода устанавливают чаши со льдом и продуктом, ПГРж и ПГРдф при температуре минус (5 ± 2) °С, ПГРт и КМ при минус (10 ± 2)°С. Расстояние между чашами в камере должно быть не менее 1/2 диаметра чаши. Камеру закрывают и выдерживают в течение трех часов.

По окончании испытания чаши достают из камеры, образовавшуюся на поверхности льда талую воду сливают, обтирая края чаши фильтровальной бумагой. Данную процедуру выполняют максимально быстро (не более 10 с), чтобы минимизировать искажение результата от таяния льда при комнатной температуре. Чаши с остатками нерасплавленного льда и ПГМ взвешивают (m_2).

Чаши с остатками льда помещают на водяную баню для выпаривания до удаления следов влаги. Высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С в течение 1 часа и охлаждают в эксикаторе в течение 1 часа. После высушивания и охлаждения в эксикаторе чаши с сухим остатком взвешивают (m_3) с записью результата взвешивания в граммах до второго десятичного знака.

Проводят два параллельных определения.

4.18.5 Обработка результатов испытаний

Плавящую способность ПГМ или количество расплавленного льда *М*, г/г, одним граммом ПГМ вычисляют по формуле

$$M = \frac{(m_1 - m_2) + (m_3 - m_0)}{m_{ПГМ}}, \quad (22)$$

где m_1 — масса чаши со льдом до обработки ПГМ, г;

m_2 — масса чаши после испытаний с остатками нерасплавленного льда и ПГМ, г;

m_3 — масса чаши с сухим остатком после высушивания, г;

m_0 — масса пустой чаши, г;

$m_{ПГМ}$ — масса навески ПГМ, *г*.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения плавящей способности принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по 4.1.5: относительное расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости (*r*), установленного в таблице 12.

Таблица 12 — Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения плавящей способности

Диапазон измерения определения плавящей способности, г/г	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P = 0,95$), $\pm\delta$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости), $\sigma_{r,\ отн}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R,\ отн}$, %	Относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при $P = 0,95$), $r_{отн}$, %
От 0,50 до 8,0 включ.	30	8	15	21

4.18.6 Оформление результата испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

4.19 Методика определения эффективной удельной активности естественных радионуклидов

Настоящая методика устанавливает определение эффективной удельной активности естественных радионуклидов ПГРт, ПГРж, ПГРдф, КМ и ФМ.

Определение эффективной удельной активности естественных радионуклидов проводится как прямое измерение в соответствии с методикой измерения или руководством по эксплуатации соответствующего прибора, на котором выполняется измерение.

4.20 Определение степени коррозионной активности ПГМ

Настоящая методика устанавливает определение степени коррозионной активности ПГРт, ПГРж, ПГРдф и КМ.

4.20.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении потери массы металлической пластины, подвергнутой коррозионному воздействию раствора испытуемого материала в течение определенного времени.

За меру коррозионного воздействия ПГМ на металл принята скорость потери массы на единицу площади образца за определенный промежуток времени по ГОСТ 9.908. Процесс коррозии осуществляется путем погружения образца металла в раствор ПГМ определенной концентрации с последующим его выдерживанием на воздухе при комнатной температуре.

4.20.2 Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, вспомогательным устройствам, реактивам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 210 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 мг по ГОСТ OIML R 76-1;
- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- профилометр с максимальной разрешающей способностью 0,001 мкм для контактного измерения параметров шероховатости по системе средней линии в соответствии с номенклатурой параметров и диапазонами значений, предусмотренными ГОСТ 2789;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- силикагель по ГОСТ 3956 или кальций хлористый технический по ГОСТ 450;
- часы электронно-механические кварцевые настольные по ГОСТ 27752;
- стаканы стеклянные объемом 3000 мл по ГОСТ 25336;
- фильтровальная бумага по ГОСТ 12026;
- фильтры бумажные обеззоленные «белая лента»;
- штангенциркуль по ГОСТ 166;
- шкурка шлифовальная зернистостью Р150 (Р180) и Р 320 (Р240) по ГОСТ 10054 или ГОСТ 13344;
- пинцет пластмассовый;
- термометр типа ТЛ-4 № 2;
- магнитная мешалка, обеспечивающая перемешивание со скоростью не менее 150 мин$^{-1}$;
- шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне от 50 °С до 250 °С с погрешностью регулирования температуры ± 5 °С
- плоские пластины из углеродистой стали Ст3сп по ГОСТ 380 с отверстием для подвеса. Образцы для одной серии испытаний должны быть из стали одинаковой плавки и соответствовать требованиям ГОСТ Р 9.905—2007 (пункт 5.1). Предпочтительный размер образцов 50×50 мм и толщиной от 1,0 до 3,0 мм (форма и размеры плоских образцов может варьироваться в соответствии с ГОСТ Р 9.905—2007 (пункт 5.4). Образцы вырезают из листа по ГОСТ 19903 на расстоянии не менее 200 мм от кромки. Поверхность испытуемых образцов не должна иметь видимых дефектов, таких как царапины, включения, трещины, ржавчина, заусенцы и т.п.;
- кислота соляная, ч.д.а., по ГОСТ 3118;
- уротропин (гексаметилентетрамин), по ГОСТ 1381;
- натрий двууглекислый, ч.д.а., по ГОСТ 4201;
- ацетон, ч.д.а., по ГОСТ 2603;
- этоксиэтан (диэтиловый эфир), ч.д.а., по [3];
- дистиллированная вода ГОСТ 6709 или вода деминерализованной степени чистоты 2 по ГОСТ Р 52501 или вода эквивалентной чистоты.

4.20.3 Подготовка к выполнению испытаний

Перед выполнением измерений проводят подготовку посуды, приготовление растворов, подготовку пластин, отбор и подготовку проб.

4.20.3.1 Подготовка посуды

Вся посуда для проведения испытаний должна быть чистой и сухой. Посуду промывают в соответствии с инструкцией по мытью химической посуды, действующей в организации.

4.20.3.2 Подготовка пластин

Для одного испытания готовят пять рабочих пластин.

Допускается подготовка пластин механическим или химическим способом.

а) Механический способ:

Стальные пластины зачищают последовательно шкурками Р180 (Р150) и Р 320 (Р240), проводя ими по поверхности в одном направлении до появления металлического блеска. Острые ребра новых пластин скругляют шлифованием. После шлифовки пластины протирают ацетоном и измеряют шероховатость поверхности пластин при помощи профилометра, числовое значение параметра шероховатости поверхности пластин (среднеарифметическое отклонение профиля) не должно превышать 0,8 мкм.

После шлифования определяют площадь поверхности образцов, измеряя длину, ширину и толщину с помощью штангенциркуля с точностью до 0,1 мм.

Площадью отверстий пренебрегают.

Пластины осушают эфиром и помещают в эксикатор с осушителем и выдерживают в нем не менее 12 ч, затем взвешивают на весах с фиксированием результата до 0,00001 г. Подготовленные пластины берут за торцы в хлопчатобумажных перчатках или пинцетом.

Параллельно готовят три контрольные пластины.

б) Химический способ:

Пластины очищают ацетоном. Определяют площадь поверхности пластин, измеряя длину, ширину и толщину с помощью штангенциркуля с точностью до 0,1 мм. Площадью отверстий пренебрегают.

Пластины промывают под струей проточной воды, осушают фильтровальной бумагой. Далее пластины обрабатывают в течение 5—6 мин соляной кислотой с добавлением ингибитора уротропина, приготовленной по 4.20.3.4. Затем пластины промывают проточной водой, осушают фильтровальной бумагой, нейтрализуют в течение 1—2 мин в водном растворе двууглекислой соды, с массовой долей 5 %, приготовленной по 4.20.3.5, осушают фильтровальной бумагой и протирают эфиром.

Пластины помещают в эксикатор с осушителем и выдерживают в нем не менее 12 ч, затем взвешивают на весах с фиксированием результата до 0,00001 г.

Параллельно готовят три контрольные пластины.

Контрольные пластины не участвуют в испытании. Контрольные пластины находятся в эксикаторе с осушителем до процедуры удаления продуктов коррозии с рабочих пластин.

4.20.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты с ингибитором уротропином

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ наливают 250—300 $см^3$ дистиллированной воды, в нее осторожно приливают 500 $см^3$ соляной кислоты, добавляют 3,5 г уротропина, перемешивают и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Раствор используют свежеприготовленный.

4.20.3.4 Приготовление раствора двууглекислого натрия с массовой долей 5 %

50 г двууглекислого натрия растворяют при помешивании в 950 г теплой дистиллированной воды (50—60) °С.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой, срок хранения при комнатной температуре не более 6 месяцев.

4.20.3.5 Подготовка проб

Для определения коррозионной активности на металл ПГРт, ПГРж, ПГРдф, КМ готовят водный раствор с массовой долей 10 %.

а) Приготовление водного раствора с массовой долей 10 % из ПГРт

Масса мерной пробы ПГРт для приготовления раствора должна быть не менее 300 г.

Для приготовления водного раствора с массовой долей 10 % ПГРт пробу берут с естественной влажностью.

Для приготовления раствора ПГРт можно брать мерную пробу как из аналитической пробы продукта в естественном состоянии, так и из размола.

Берут навеску ПГРт массой (300 ± 1) г, массу навески фиксируют до второго десятичного знака и растворяют в 2700 г воды.

Раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента». Раствор используют свежеприготовленный.

Температуру приготовленного раствора доводят до температуры (21—23) °С.

б) Приготовление раствора с массовой долей 10 % из ПГРдф

Подготовка пробы ПГРдф по 4.2.8.2. Для определения готовят не менее 3000 $см^3$ раствора.

Раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента». Раствор используют свежеприготовленный.

Температуру приготовленного раствора доводят до температуры (21—23) °С.

в) Подготовка проб КМ

Масса мерной пробы КМ зависит от содержания основных действующих веществ.

КМ берут для испытания с естественной влажностью, приготовление раствора — по 4.2.8.3. Для определения готовят не менее 3000 см^3 раствора.

Раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента». Раствор используют свежеприготовленный.

Температуру приготовленного раствора доводят до температуры (21—23) °С.

г) Подготовка проб ПГРж

Массу навески ПГРж, необходимого для приготовления 3000 г раствора с массовой долей растворимых солей 10 %, рассчитывают по формулам

$$m_{\text{ПГР}} = \frac{N \cdot 3000}{X}, \quad (23)$$

$$m_{\text{воды}} = 3000 - m_{\text{ПГР}}, \quad (24)$$

где $m_{\text{ПГР}}$ — навеска ПГРж, необходимая для приготовления 3000 г раствора, г;

N — требуемая массовая доля раствора, % (N = 10 %);

X — массовая доля растворимых солей в ПГРж, %, см. 4.4;

$m_{\text{воды}}$ — масса воды, необходимая для приготовления 3000 г раствора, г.

Раствор фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента». Раствор используют свежеприготовленный.

Температуру приготовленного раствора доводят до температуры (21—23) °С.

4.20.4 Проведение испытаний

Металлические рабочие пластины помещают в емкость с водным раствором ПГМ с массовой долей 10 % при температуре раствора (21—23) °С. Емкость с водным раствором ПГМ и пластинами устанавливают на магнитную мешалку. Испытание проводят в течение (2 ± 0,1) ч при перемешивании. Скорость перемешивания устанавливается 150 об/мин.

Количество раствора в испытательной емкости должно быть не менее 10 см^3 на 1 см^2 поверхности пластины с учетом ее полного погружения в раствор. Расстояние между пластинами и до стенок емкости должно быть не менее 10 мм.

Пластины вынимают из раствора и выдерживают на воздухе (2 ± 0,1) ч при комнатной температуре.

По окончании испытаний пластины промывают под струей проточной воды, осушают фильтровальной бумагой. Пластины обрабатывают в течение 3—4 мин соляной кислотой с добавлением ингибитора уротропина, приготовленной по 4.20.3.4, до полного удаления коррозии. Затем пластины промывают проточной водой, осушают фильтровальной бумагой, нейтрализуют в течение 1—2 мин в водном растворе двууглекислой соды с массовой долей 5 %, приготовленной по 4.20.3.5, осушают фильтровальной бумагой и протирают эфиром.

Перед взвешиванием пластины выдерживают 30 мин в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С. Далее пластины охлаждают в эксикаторе с осушителем в течение 30 мин. Результат взвешивания записывают до пятого десятичного знака.

Аналогично обрабатывают и контрольные пластины отдельно от рабочих.

4.20.5 Обработка результатов испытаний

За основной количественный показатель коррозии принимают скорость потери массы на единицу площади образца. Коррозионную активность K в мг/см^2·сут, вычисляют по формуле

$$K = \left[\frac{(m_1 - m_2)}{S \cdot t} - \frac{\Sigma(m_3 - m_4)}{\Sigma S_к \cdot t}\right] \cdot 1000, \quad (25)$$

где m_1 — масса рабочей пластины перед испытанием, г;

m_2 — масса рабочей пластины после испытания, г;

m_3 — масса контрольной пластины перед процедурой удаления продуктов коррозии, г;

m_4 — масса контрольной пластины после процедуры удаления продуктов коррозии, г;

S — площадь поверхности рабочей пластины, см^2;

$S_к$ — площадь поверхности контрольной пластины, см^2;

t — продолжительность анализа, сут.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения коррозионной активности принимают среднеарифметическое значение пяти параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости (см. 4.1.5): относительное расхождение между результатами пяти параллельных определений не превышает предела повторяемости r, установленного в таблице 13.

Таблица 13 — Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения коррозионной активности

Диапазон определения коррозионной активности, мг/см^2 сут.	Границы относительной погрешности (показатель точности при P = 0,95), ±δ, %	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости), $\sigma_{r,\text{отн}}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R,\text{отн}}$, %	Относительное значение допускаемого расхождения между результатами параллельных определений (предел повторяемости при P = 0,95), $r_{\text{отн}}$, %.
От 0,10 до 0,70 включ.	50	11	26	31
От 0,71 до 1,50 включ.	30	8	15	21

4.20.6 Оформление результата испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

4.21 Определение степени агрессивного воздействия противогололедных материалов на цементобетон

Настоящая методика устанавливает определение степени агрессивного воздействия ПГРт, ПГРж, ПГРдф, КМ на цементобетон.

4.21.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в оценке степени влияния ПГМ на морозостойкость поверхностных слоев цементобетона.

За меру агрессивности воздействия ПГМ на цементобетон принята способность образцов сохранять состояние (отсутствие трещин, отколов, шелушения поверхности и др.) и массу при многократном переменном замораживании — оттаивании в растворе ПГМ. Ускорение процесса достигают понижением температуры замораживания до минус (50 ± 5) °С в соответствии с ГОСТ 10060.

За критерий агрессивности принимают величину допустимой потери массы испытываемых образцов, приведенную к его объему $\Delta m_{\text{уд}}$, в размере 0,07 г/см^3.

Температура воздуха в помещении, в котором осуществляется испытание, не должна превышать 22 °С.

4.21.2 Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, вспомогательным устройствам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с устройством для гидростатического взвешивания с максимальной нагрузкой 1200 г и действительной ценой деления шкалы 1,0 мг по ГОСТ OIML R 76-1;
- оборудование для изготовления и хранения бетонных образцов-балочек в соответствии с ГОСТ 22685 и ГОСТ 10180;
- морозильная камера или камера тепла-холода, обеспечивающая поддержание температуры минус (50 ± 5) °С,
- шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне от 50 °С до 250 °С с погрешностью регулирования температуры ± 5 °С;
- вакуумный сушильный шкаф, обеспечивающий создание остаточного давления в рабочей камере не более 10 мм. рт. ст.;
- часы электронно-механические кварцевые настольные по ГОСТ 27752;
- емкости для насыщения и испытания образцов в растворе ПГМ из коррозионно-стойкого материала;
- ванна для насыщения и оттаивания образцов, оборудованная устройством, обеспечивающим поддержание температуры воды (20 ± 2) °С;
- деревянные или стеклянные подкладки для подкладки под балочку в емкости для насыщения и испытаний образцов;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- хлористый кальций по ГОСТ 450.

4.21.3 Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят подготовку бетонных образцов, отбор и подготовку проб.

4.21.3.1 Подготовка бетонных образцов

Бетонные образцы для испытания на агрессивное воздействие изготавливают из бетона В30 (М 400) с водоцементным отношением не более 0,5, подвижностью бетонной смеси П1 по ГОСТ 7473.

Для приготовления бетона используют материалы (песок, щебень, цемент, воду), соответствующие требованиям действующей нормативной документации по данным материалам. Максимальная крупность щебня — 10 мм. Модифицирующие добавки в бетон не допустимы.

Способ и режим твердения образцов бетона следует принимать по ГОСТ 18105, ГОСТ 10180 и ГОСТ 22783.

Размер образцов-балочек (4 х 4 х 16) см, количество образцов для одной серии испытаний — 3 шт. Образцы для испытаний после набора прочности (через 28 сут) не должны иметь дефектов (сколов, трещин и др.). Перед проведением испытаний также оценивают внешнее состояние балочек на отсутствие дефектов.

Перед насыщением образцы высушивают при температуре (105 ± 5) °С в течение 6 ч с последующим охлаждением в эксикаторе до комнатной температуры. Результат взвешивания фиксируют до третьего десятичного знака.

Перед испытанием измеряют геометрические размеры балочек для расчета плотности образцов бетона. Плотность бетона образца вычисляют по ГОСТ 12730.1 (пункт 5.1). Разброс значений средней плотности бетона отдельных образцов в серии до их насыщения не должен превышать 50 кг/м^3.

Насыщение образцов проводят в ванне для насыщения при температуре воды (20 ± 2) °С.

Насыщение балочек осуществляют водой. Для насыщения образцы помещают в емкость для насыщения на деревянные или стеклянные прокладки поверхностной гранью вниз (лицевой стороной образца, поверхность которого заглажена). Расстояние между балочками и стенками емкости должно быть не менее 10 мм. Образцы в емкости заливают водой на 1/3 их высоты и выдерживают 24 ч. Затем уровень воды повышают до 2/3 высоты балочек и выдерживают еще 24 ч. После чего образцы полностью заливают водой на 48 ч так, чтобы уровень жидкости был выше верхней грани балочек не менее чем на 20 мм.

Допускается для ускорения процесса насыщения балочек проводить водонасыщение в вакуумном шкафу, для этого балочки при полном погружении в воду укладывают в емкости для насыщения и устанавливают в вакуумный шкаф на 1 ч, затем емкости с балочками достают и выдерживают на воздухе в течение 1 ч.

После водонасыщения образцы промывают чистой водой, поверхность обтирают влажной тканью. Объем балочек определяют методом гидростатического взвешивания по ГОСТ 12730.1 на воздухе и в воде. Результат взвешивания фиксируют до третьего десятичного знака.

4.21.3.2 Подготовка проб

Для определения степени агрессивности воздействия на цементобетон

ПГРт, ПГРж, ПГРдф, КМ готовят водный раствор с массовой долей 10 %.

ПГРж используют при испытании в нативном состоянии.

а) Приготовление водного раствора с массовой долей 10 % из ПГРт.

Масса мерной пробы ПГРт для определения степени агрессивности воздействия на цементобетон должна быть не менее 1 кг.

Для приготовления раствора из ПГРт, ПГРдф допускается брать мерную пробу как из аналитической пробы продукта в естественном состоянии, так и из размола.

Для приготовления водного раствора с массовой долей 10 % ПГРт и пробу берут с естественной влажностью.

Для проведения испытания агрессивного воздействия ПГМ на цементобетон, как правило, расходуется примерно 10 дм^3 раствора ПГМ с массовой долей 10 %.

Берут навеску ПГРт массой (1000 ± 10) г ПГМ, массу навески фиксируют до второго десятичного знака и растворяют в 9000 г воды.

б) Приготовление раствора с массовой долей 10 % из ПГРдф

Подготовка пробы ПГРдф — по 4.2.8.2. Для определения готовят не менее 10 дм^3 раствора.

Для приготовления раствора из ПГРдф допускается брать мерную пробу как из аналитической пробы продукта в естественном состоянии, так и из размола.

в) Подготовка проб КМ

Масса мерной пробы КМ зависит от содержания основных действующих веществ.

Для приготовления раствора из КМ необходимо брать мерную пробу только из размола.

КМ берется для испытания с естественной влажностью, приготовление раствора — по 4.2.8.3. Для определения готовят не менее 10 дм^3 раствора.

г) Подготовка проб ПГРж

Мерная проба жидкого ПГР не менее 10 дм^3.

4.21.4 Выполнение испытаний

После определения объема образцы подвергают испытанию на замораживание и оттаивание.

Замораживание осуществляется в морозильной камере или в камере тепла и холода. Процедура замораживания осуществляется последовательно в три этапа по режиму, приведенному в таблице 14.

Таблица 14 — Режим замораживания образцов

Время для выхода на заданную температуру	Заданная температура	Время выдержки при заданной температуре
по факту достижения заданной температуры минус (10 ± 2) °С	минус (10 ± 2) °С	начало замораживания при минус (10 ± 2) °С
(1,00 ± 0,25) ч с минус (10 ± 2) °С до минус (50 ± 5) °С	минус (50 ± 5) °С	(3,00 ± 0,25) ч при минус (50 ± 5) °С
(1,0 ± 0,5) ч с минус (50 ± 5) °С до минус (10 ± 2) °С	минус (10 ± 2) °С	выгружают емкости с балочками при минус (10 ± 2) °С

Насыщенные водой образцы помещают в морозильную камеру или камеру тепла-холода при температуре воздуха в ней не выше минус 10 °С в закрытых сверху тех же емкостях, где проводилось насыщение, но в 10%-ном растворе ПГМ. Расстояние между стенками емкостей и камеры должно быть не менее 50 мм. Началом замораживания считают момент установления в камере температуры минус 10°С.

После установления в закрытой камере температуры минус 10 °С ее понижают в течение (1,00 ± 0,25) ч до минус (50 ± 5) °С и выдерживают при этой температуре (3,00 ± 0,25) ч.

Далее температуру в камере повышают в течение (1,0 ± 0,5) ч до минус 10 °С и при этой температуре выгружают из нее емкости с образцами.

Процедуру размораживания осуществляют в ванне для оттаивания. Емкость устанавливают в ванну с водой при температуре (20 ± 2) °С, так чтобы емкость была окружена слоем жидкости не менее 50 мм, но ниже верхнего края емкости не менее чем 10 мм. Началом оттаивания образцов считают момент установления в ванне температуры (20 ± 2) °С, и процедуру оттаивания осуществляют не менее 2 ч.

В течение суток проводится один цикл замораживания и оттаивания. Испытания следует вести непрерывно. При вынужденных перерывах в испытании образцы должны храниться в соответствующих растворах ПГМ в морозильной камере или в камере тепла-холода при температуре не выше минус 10 °С и не более 5 сут. При перерыве в испытаниях более 5 сут возобновляют испытания с новой серией образцов.

После каждых пяти циклов испытаний контролируют состояние образцов (появление трещин, сколов, шелушение поверхности) и массу образцов путем взвешивания. Перед взвешиванием образцы промывают чистой водой, поверхность обтирают увлажненной тряпкой.

Если при проведении испытаний происходит уменьшение объема водного раствора ПГМ из емкости, то необходимо долить водный раствор ПГМ с массовой долей 10 % до требуемого объема.

После каждых пяти циклов попеременного замораживания — оттаивания необходимо заменять растворы ПГМ в емкостях на вновь приготовленные.

Число циклов испытаний зависит от значения удельного изменения массы образцов. При удельном изменении массы образцов более 0,07 г/см^3 испытание прекращают. Максимальное число циклов 15.

4.21.5 Обработка результатов испытаний

После испытания состояние образцов оценивают визуально: наличие трещин, сколов, шелушения и другие дефекты. Агрессивность раствора ПГМ по отношению к цементобетону оценивают по уменьшению массы образцов, приведенной к объему.

Оценку степени агрессивности испытуемого ПГМ проводят в такой последовательности:

а) определяют объем V, см^3 предварительно насыщенных водой образцов по результатам взвешивания на воздухе и в воде по формуле

$$V = \frac{m_0 - m_в}{\rho_в}, \quad (26)$$

где m_0 — масса образца, насыщенного водой, определенная взвешиванием на воздухе, г;

$m_в$ — масса образца, насыщенного в воде, определенная взвешиванием в воде, г;

$\rho_в$ — плотность воды, принимаемая равной 1 г/см^3;

б) определяют потерю массы образца Δm_n, г, после 5, 10 и 15 циклов по формуле

$$\Delta m_n = m_0 - m_n, \quad (27)$$

где m_n — масса образца, определенная взвешиванием на воздухе, после n циклов замораживания — оттаивания;

в) определяют удельное изменение массы образца $\Delta m_{уд_n}$, г/см^3, после 5, 10 и 15 циклов по формуле

$$\Delta m_{уд_n} = \frac{\Delta m_n}{V}. \quad (28)$$

ПГМ считаются не агрессивными, если после 15 циклов замораживания — оттаивания удельное изменение массы образца не превышает 0,07 г/см^3.

Вычисления проводят до четвертого десятичного знака.

За окончательный результат определения агрессивного воздействия на цементобетон принимают среднеарифметическое значение трех параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по 4.1.5: относительное расхождение между результатами трех параллельных определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 15.

Таблица 15 — Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения агрессивного воздействия на цементобетон

Диапазон определения агрессивного воздействия на цементобетон, г/см^3	Границы относительной погрешности (показатель точности при P = 0,95), $\pm\delta$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости), $\sigma_{r,отн}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости) $\sigma_{R,отн}$, %	Относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при P = 0,95), $r_{отн}$, %
От 0,010 до 0,100 включ.	30	8	15	21

4.21.6 Оформление результата испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

4.22 Определение теплового баланса

Настоящая методика устанавливает определение теплового баланса ПГРт, ПГРж и твердой фазы ПГРдф.

Под тепловым балансом в контексте данной методики принимается изменение температуры, которое возникает при растворении ПГР в воде. При этом возможен как положительный тепловой баланс (экзотермический процесс), так и отрицательный (эндотермический процесс).

Температура воздуха в помещении, в котором осуществляется испытание, не должна превышать (23 ± 2) °С.

В данном разделе приводится пример измерения теплового баланса на калориметре марки «Эксперт-001», на этом приборе есть возможность определения суммарного теплового эффекта Q, Дж, при растворении продукта в воде, но по методике достаточно определить промежуточный показатель — тепловой баланс (ΔТ, °С). Тепловой баланс можно определить и в лабораторных условиях, собрав установку, максимально защищенную от теплопотерь, например в сосуде Дьюара.

4.22.1 Сущность метода

Определение теплового баланса проводится как прямое измерение изменения температуры ΔT, °С, при процедуре растворения ПГР в воде в соответствии с методикой измерения или руководством по эксплуатации соответствующего прибора, на котором выполняется измерение.

4.22.2 Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, вспомогательным устройствам

При проведении испытаний используются:

- калориметр, например, марки «Эксперт-001» или аналогичный;
- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- термометр ТЛ-2 с диапазоном измерения от 0 °С до плюс 100 °С с ценой деления 1 °С;
- устройство для измерения времени. Допускается использование секундомеров с ценой деления 0,2 с;
- мешалка магнитная;
- цилиндр 1-250-2 по ГОСТ 1770;
- стаканчики для взвешивания СВ-34/12 по ГОСТ 25336;
- воронка В-75-80 ХС по ГОСТ 25336;
- палочка стеклянная;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.22.3 Подготовка проб

Масса мерной пробы должна быть не менее 15 г. ПГРт и твердую фазу ПГРдф берут с естественной влажностью и только из размола.

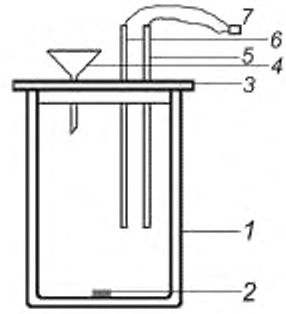
4.22.4 Выполнение измерений

В стаканчик для взвешивания берут навеску ПГРт, твердой фазы ПГРдф или ПГРж в нативном состоянии, массой около 15 г. Массу навески фиксируют до второго десятичного знака.

В калориметрический стакан наливают 130 см^3 дистиллированной воды, отмеренной с помощью мерного цилиндра вместимостью 250 см^3, оставляя в цилиндре воду для обмывания стенок воронки.

Осуществляют сборку калориметрической установки (рисунок 12), для чего в калориметрический стакан *1* опускают сердечник магнитной мешалки *2* и закрывают стакан пластмассовой крышкой *3*. В отверстия крышки вставляют воронку *4*, датчик температуры *5*, который подсоединяют к измерительному преобразователю *7*. Для определения теплового баланса устанавливать нагревательный элемент с известным электрическим сопротивлением *6* не требуется.

Калориметрическую установку ставят на магнитную мешалку и включают измерительный преобразователь в сеть через сетевой адаптер, затем включают магнитную мешалку. Вращают ручку включения магнитной мешалки, добиваясь оптимальной скорости вращения сердечника магнитной мешалки.



1 — калориметрический стакан объемом 200 см^3, выполненный по типу сосуда Дьюара; *2* — сердечник магнитной мешалки (магнит); *3* — крышка пластмассовая с тремя отверстиями; *4* — воронка, *5* — датчик температуры; *6* — нагревательный элемент с известным электрическим сопротивлением; *7* — измерительный преобразователь (Эксперт-001-3)

Рисунок 12 — Схема калориметрической установки

Выдерживают навеску пробы и включенную калориметрическую установку при температуре (23 ± 2) °С не менее 15 мин.

Каждое калориметрическое измерение начинают с определения температурного хода калориметрической системы. Для этого в течение нескольких минут измеряют температуру установки (участок АВ на рисунке 13, *а*, *б*).

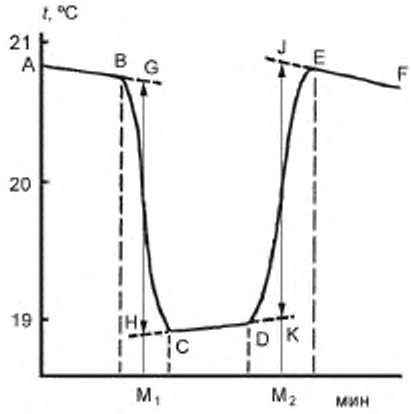
Нажимают и удерживают в течение 2 с кнопку «ВКЛ» на измерительном преобразователе «ЭКСПЕРТ-001» (при этом начнет светиться его жидкокристаллический дисплей). Первая надпись на жидкокристаллическом дисплее измерительного преобразователя «ЭКСПЕРТ-001-3» показывает уровень зарядки собственных аккумуляторов преобразователя. При проведении работы необходимо, чтобы прибор был подключен к сети через сетевой адаптер.

Кнопками «стрелка влево» или «стрелка вправо» выбирают режим «ТЕРМОМЕТР».

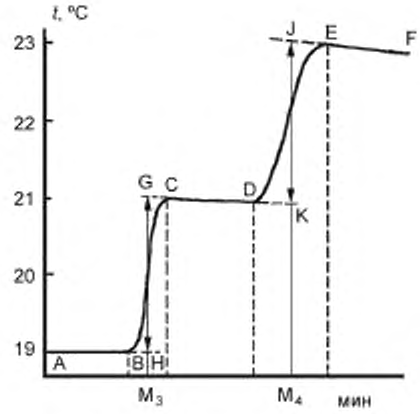
Начинают выполнение испытания, нажав кнопку «ИЗМ». На дисплее появятся данные работы секундомера, работающего в режиме прямого отсчета времени и значения температуры в калориметрическом стакане.

Если установка подключена к компьютеру — одновременно нажимают команду «СТАРТ» в меню программы "Expert001.exe" для фиксирования данных на компьютере.

Определяют тепловой ход калориметрической установки (участок АВ на рисунке 13, *б*). При работе в ручном режиме записывают в рабочий журнал (таблица 16) показания температуры через каждые 30 с в течение 5 мин. Если измерения показывают, что в течение 5 мин температурные изменения достаточно равномерны и невелики, начинают испытание.



а – изменение температуры для эндотермических процессов



б – изменение температуры для экзотермических процессов

Рисунок 13 — Изменение температуры

Затем в калориметрический стакан через сухую воронку насыпают приготовленную навеску анализируемого ПГМ или вливают ПГРж. Оставшейся в мерном цилиндре водой смывают остатки пробы с воронки, расходуя на обмывание не более 15 $см^3$ воды.

За счет растворения соли происходит быстрое изменение температуры. При работе в ручном режиме фиксируют значения температуры через возможно малые промежутки времени (каждые 5—10 с) и записывают в рабочий журнал (таблица 16).

После того как растворение соли закончится, изменение температуры замедлится и температурный ход снова станет равномерным (участок *CD* на рисунке 13, *а*, 13, *б*), продолжают измерять температуру через каждые 30 с еще в течение 5 мин). При работе в ручном режиме записывают данные в рабочий журнал (таблица 16).

Таблица 16 — Рабочий журнал для определения теплового баланса калориметрической установки (образец)

Время измерений, с										
Температура измерений, °С										

По окончании испытания нажимают клавишу «ОТКЛ» на клавиатуре измерительного преобразователя «ЭКСПЕРТ-001».

При ручном режиме строят график на миллиметровой бумаге, откладывая на оси абсцисс — время в с., а на оси ординат — температуру (рисунок 13 *а*, *б*).

Участок ВС на графиках соответствует собственно реакции: эндотермической на рисунке 13, *а* и экзотермической на рисунке 13, *б*. В результате реакции растворения ПГМ в воде наблюдается изменение температуры (ΔТ). Окончание реакции регистрируется после того, как изменение температуры в калориметре прекратится или станет медленным и равномерным (участок *CD*).

Наличие небольшого наклона на графике температурной зависимости в начальном (АВ) и конечном (*CD*) периодах свидетельствует о том, что во время опыта имеет место некоторый теплообмен калориметра с окружающей средой. В расчетах теплообмен учитывается следующим образом. Прямая *AB* экстраполируется вправо, а прямая *CD* влево. Интервал времени от *B* до *C* делится пополам, и через эту точку проводится перпендикуляр к оси абсцисс до пересечения его с экстраполированными участками прямых АВ и СД (точки *H,G*). Величина отрезка *HG* соответствует изменению температуры калориметрической системы, связанному непосредственно с реакцией растворения, то есть соответствует искомой величине теплового баланса.

Если при растворении ПГМ калориметрический ход не изменил своего значения, результат определения принимается равным 0.

За окончательный результат теплового баланса (ΔТ, °С) принимают значение единичного определения.

Данный метод обеспечивает с вероятностью $P = 0,95$ получение результатов испытаний с погрешностью, не превышающей значений, установленных в таблице 17.

Таблица 17 — Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих метода определения теплового баланса

Диапазон измерения теплового баланса, °С	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P = 0,95$), ±δ, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R,\ отн}$, %
От минус 5 до плюс 40 включ.	30	15

4.22.5 Оформление результата испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

4.23 Определение массовой доли пылевидных и глинистых частиц

Настоящая методика устанавливает определение массовой доли пылевидных и глинистых частиц в ФМ и КМ.

4.23.1 Сущность метода определения массовой доли пылевидных и глинистых частиц в ФМ

Сущность метода заключается в определении содержания пылевидных и глинистых частиц в ФМ путем промывания материала через сито с размером ячеек 0,063 мм и сравнения масс пробы до и после испытаний.

4.23.1.1 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,1 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- сито с квадратными ячейками размерами 0,063 мм (контрольное сито для улавливания зерен размером 0,063 мм) по ГОСТ Р 51568;
- сито с квадратными ячейками размерами 2 мм (защитное сито устанавливается перед контрольным ситом, с целью исключения его повреждения) по ГОСТ Р 51568;
- сушильный шкаф лабораторный, обеспечивающий циркуляцию воздуха и температуру нагрева от 50 °С до 250 °С, с погрешностью регулирования температуры ± 5 °С;
- груша резиновая объемом не более 1 дм^3;
- пестик деревянный или пластиковый для перемешивания суспензии;
- противни металлические;
- сосуд цилиндрический объемом не менее 5 дм^3 или ведро.

4.23.1.2 Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят подготовку посуды, отбор и подготовку проб.

4.23.1.3 Подготовка посуды

Вся посуда для проведения испытаний должна быть чистой и сухой. Посуду промывают в соответствии с инструкцией по мытью химической посуды, действующей в организации.

4.23.1.4 Подготовка проб

Для испытаний берут мерную пробу ФМ из аналитической пробы продукта в естественном состоянии. Масса мерной пробы должна составлять не менее 200 г.

4.23.1.5 Выполнение измерений

Пробу ФМ массой около 200 г равномерно распределяют по предварительно взвешенному противню M_0 и высушивают в сушильном шкафу при температуре (110 ± 5) °С в течение 2 ч с последующим охлаждением в течение 1 ч.

Высушивание повторяют до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более 0,05 г. Каждое последующее взвешивание проводят после высушивания в сушильном шкафу в течение 1 ч и охлаждения в течение 1 ч.

Результат взвешивания фиксируют до второго десятичного знака.

Высушенную до постоянной массы мерную пробу ФМ помещают в цилиндрический сосуд. Затем в него наливают воду таким образом, чтобы ее уровень над пробой ПГМ был не менее 10 см.

Содержимое сосуда интенсивно перемешивают пестиком, исключая потери зерен ФМ и воды.

Полученную суспензию осторожно сливают на набор сит, состоящий из защитного сита с размером ячеек 2 мм и контрольного сита с размером ячеек 0,063 мм (устанавливается снизу), таким образом, чтобы зерна ФМ оставались в сосуде.

Затем снова заливают воду и процесс отмывки повторяют до тех пор, пока вода в сосуде не станет прозрачной. После этого ФМ, находящийся в сосуде, извлекают на противень, используя при необходимости грушу с водой. Частицы, оставшиеся на защитном и контрольном ситах, переносят в противень, используя при необходимости грушу с водой.

Противень с ФМ высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре (110 ± 5) °С в течение 2 ч с последующим охлаждением в течение 1 ч. Высушивание повторяют до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более 0,05 г. Каждое последующее взвешивание проводят после высушивания в сушильном шкафу в течение 1 ч и охлаждения в течение 1 ч.

Результат взвешивания фиксируют до второго десятичного знака.

4.23.1.6 Обработка результатов испытаний

Содержание в ФМ пылевидных и глинистых частиц П, в процентах, рассчитывается по формуле

$$П = \frac{M - M_1}{(M - M_0)} \cdot 100, \qquad (29)$$

где M_0 — масса пустого противня, г;

M — масса противня с пробой до отмывки, г;

M_1 — масса противня с пробой после отмывки, г.

Вычисление результатов проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат массовой доли пылевидных и глинистых частиц П, %, принимают значение единичного определения.

Данный метод обеспечивает с вероятностью $P = 0,95$ получение результатов испытаний с погрешностью, не превышающей значений, установленных в таблице 18.

Таблица 18 — Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих метода определения массовой доли пылевидных и глинистых частиц

Диапазон измерения массовой доли пылевидных и глинистых частиц, %	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P = 0,95$), ±δ, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R,\ отн}$, %
От 0,50 до 3,50 включ.	30	15

4.23.1.7 Оформление результата испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

4.23.2 Сущность метода определения массовой доли пылевидных и глинистых частиц в КМ

Метод основан на растворении заданной массы пробы КМ в воде, на тщательном перемешивании раствора для поднятия пылевидных частиц в виде взвеси, отстаивании раствора в течение 2 мин для того, чтобы крупные частицы могли осесть на дно, и на последующем фильтровании полученного раствора, высушивании и взвешивании пылевидных и глинистых частиц.

4.23.2.1 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, посуде, реактивам и материалам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,1 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 220 г и действительной ценой деления шкалы 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий температуру нагрева от 50 °С до 250 °С, с погрешностью регулирования температуры ± 5 °С;
- стакан В-1-600 ТС, В-1-1000 ТС с ориентировочной шкалой по ГОСТ 25336;
- стаканчики для взвешивания СВ-34/12 или СН-60/14 по ГОСТ 25336;
- колба мерная 1-100-2 по ГОСТ 1770;
- цилиндры 1-10-2, 1-20-2, 3-250-2 по ГОСТ 1770;
- кислота азотная, ч.д.а., по ГОСТ 4461;
- серебро азотнокислое, ч.д.а., по ГОСТ 1277;
- дистиллированная вода по ГОСТ 6709;
- воронка В-56-80 ХС или В-75-110 ХС по ГОСТ 25336;
- фильтры бумажные беззольные «синяя лента» или «белая лента» по [1];
- эксикатор 1(2)-190(250) по ГОСТ 25336;
- палочка стеклянная или деревянная (для перемешивания раствора).

4.23.2.2 Подготовка посуды

Вся посуда для проведения испытаний должна быть чистой и сухой. Посуду промывают в соответствии с инструкцией по мытью химической посуды, действующей в организации.

4.23.2.3 Приготовление водного раствора азотнокислого серебра с массовой долей 0,5 %

Навеску азотнокислого серебра 0,5 г при помощи воронки лабораторной переносят в мерную колбу объемом 100 см^3, содержащую 20 см^3 дистиллированной воды, отмеренной цилиндром вместимостью 20 см^3. Затем в эту же колбу цилиндром вместимостью 10 см^3 отмеряют 10 см^3 концентрированной азотной кислоты и объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 1 года. При появлении опалесценции, осадка, хлопьев раствор фильтруют.

4.23.2.4 Подготовка бумажного обеззоленного фильтра

Бумажный обеззоленный фильтр «синяя лента» («белая лента») складывают в маркированный стаканчик для взвешивания и высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С в течение 3 ч. Фильтр в стаканчике для взвешивания охлаждают в течение не менее 30 мин в эксикаторе, заполненном адсорбентом, и взвешивают (m_2) с записью результата взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака.

4.23.2.5 Подготовка проб

Для испытаний берут мерную пробу КМ из аналитической пробы продукта в естественном состоянии. Масса мерной пробы должна составлять не менее 300 г. ПГМ берут с естественной влажностью.

4.23.2.6 Выполнение измерений

Пробу КМ массой около 300 г взвешивают на весах, записывают результат взвешивания до второго десятичного знака переносят в стакан емкостью 1000 см^3, приливают дистиллированной воды (500—600) см^3, тщательно перемешивают, дают успокоиться раствору в течение двух минут, затем раствор сливают порциями на заранее доведенный до постоянной массы фильтр «синяя лента». Полученную суспензию сливают так, чтобы КМ оставался в стакане. Перед сливом каждой порции воды нужно раствор перемешивать, дать успокоиться в течение 2 мин, затем сливать на фильтр. После каждого слива нужно приливать такую же порцию дистиллированной воды в стакан, и приливать нужно до тех пор, пока вода в стакане после отстаивания в течение 2 мин не станет прозрачной.

Фильтр с осадком промывают горячей от 70 °С до 90 °С дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (промывные воды не должны образовывать осадок или сильную муть при добавлении раствора азотнокислого серебра с массовой долей 0,5 %, приготовленного по 4.23.11.2).

Затем осторожно вынимают фильтр и помещают в тот же стаканчик для взвешивания, в котором его взвешивали до фильтрования.

Фильтр с нерастворимым остатком в стаканчике для взвешивания помещают в сушильный шкаф и высушивают в течение 3 ч при температуре (105 ± 5) °С, затем охлаждают в эксикаторе, заполненном абсорбентом, в течение не менее 30 мин и взвешивают с записью результата взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака.

4.23.2.7 Обработка результатов измерений

Содержание пылевидных и глинистых частиц в КМ, в процентах, рассчитывается по формуле

$$П = \frac{(m_1 - m_2)\cdot 100}{m}, \quad (30)$$

где m_1 — масса стаканчика для взвешивания с фильтром и пылевидными и глинистыми частицами, г;

m_2 — масса стаканчика для взвешивания с чистым фильтром, г;

m — масса ПГМ, взятая на испытание, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Вычисление результатов проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат массовой доли пылевидных и глинистых частиц П, %, принимают значение единичного определения.

Данный метод обеспечивает с вероятностью $P = 0,95$ получение результатов испытаний с погрешностью, не превышающей значений, установленных в таблице 19.

Таблица 19 — Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих метода определения массовой доли пылевидных и глинистых частиц

Диапазон измерения массовой доли пылевидных и глинистых частиц, %	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P = 0,95$), $\pm\delta$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R,отн}$, %
От 0,10 до 3,50 включ.	30	15

4.23.2.8 Оформление результата испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

4.24 Определение массовой доли глины в комках

Настоящая методика устанавливает определение массовой доли глины в комках в ФМ.

4.24.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в отборе частиц, отличающихся пластичностью после предварительного увлажнения.

4.24.2 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 220 г и действительной ценой деления шкалы 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- сушильный шкаф лабораторный, обеспечивающий циркуляцию воздуха и температуру нагрева от 50 °С до 250 °С, с погрешностью регулирования температуры ± 5 °С;
- стаканчики для взвешивания СВ-34/12 или СН-60/14 по ГОСТ 25336;
- лупа минералогическая по ГОСТ 25706;
- пипетка по ГОСТ 29169;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- игла стальная по ГОСТ 8030;
- чистый металлический или пластмассовый лист или стекло квадратной или прямоугольной формы, размером не менее 150 × 150 мм.

4.24.3 Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят подготовку посуды, подготовку стаканчика для взвешивания, отбор и подготовку проб.

4.24.3.1 Подготовка посуды

Вся посуда для проведения испытаний должна быть чистой и сухой. Посуду промывают в соответствии с инструкцией по мытью химической посуды, действующей в организации.

4.24.3.2 Подготовка стаканчика для взвешивания

Стаканчик для взвешивания высушивают в сушильном шкафу при температуре (110 ± 5) °С в течение 3 ч, охлаждают в течение не менее 30 мин в эксикаторе, заполненном адсорбентом, и взвешивают (m_2) с записью результата взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака.

4.24.3.3 Подготовка проб

Для испытаний берут мерную пробу из аналитической пробы продукта в естественном состоянии. Масса мерной пробы должна составлять не менее 200 г.

4.24.4 Выполнение измерений

Пробу ФМ массой около 200 г равномерно распределяют по предварительно взвешенному противню (M_0) и высушивают в сушильном шкафу при температуре (110 ± 5) °С в течение 2 ч с последующим охлаждением в течение 1 ч. Высушивание повторяют до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более чем 0,05 %. Каждое последующее взвешивание проводят после высушивания в сушильном шкафу в течение 1 ч и охлаждения в течение 1 ч.

Результат взвешивания фиксируют до второго десятичного знака.

Высушенную до постоянной массы пробу ФМ распределяют на металлическом листе тонким слоем и увлажняют с помощью пипетки или других устройств для разбрызгивания жидкости.

Используя стальную иглу и лупу, отделяют комки глины, отличающиеся пластичностью от зерен фрикционного материала.

Отделенные комки глины помещают в стаканчик для взвешивания и высушивают в сушильном шкафу при температуре (110 ± 5) °С в течение 3 ч с последующим охлаждением в эксикаторе с безводным хлористым кальцием в течение 30 мин.

Результат взвешивания фиксируют до четвертого десятичного знака.

4.24.5 Обработка результатов испытаний

Содержание комков глины в ФМ $Г_п$, в процентах, рассчитывается по формуле

$$Г_п = \frac{(m_1 - m_2)}{(M - M_0)} \cdot 100, \quad (31)$$

где M_0 — масса пустого противня, г;

M — масса противня с пробой, высушенной до постоянной массы, г;

m_1 — масса стаканчика для взвешивания с выделенной глиной в комках, высушенной до постоянной массы, г;

m_2 — масса пустого стаканчика для взвешивания, г.

Вычисление результата проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат массовой доли глины в комках принимают значение единичного определения.

Данный метод обеспечивает с вероятностью $P = 0,95$ получение результатов испытаний с погрешностью, не превышающей значений, установленных в таблице 20.

Таблица 20 — Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих метода определения массовой доли глины в комках

Диапазон измерения массовой глины в комках, %	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P = 0,95$), $\pm\delta$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R,\ отн}$, %
От 0,10 до 3,50 включ.	30	15

4.24.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

4.25 Определение марки по дробимости

Настоящая методика устанавливает определение марки по дробимости ФМ и фрикционной части КМ.

Марку по дробимости ФМ и фрикционной части КМ определяют по ГОСТ 8269.0 или ГОСТ 33030 со следующими дополнениями:

При испытании ФМ с целевой фракцией от 3,0 до 7,0 мм или от 2,5 до 5,0 мм испытание проводится аналогично, как и для фракции от 5,0 до 10,0 мм;

После сжатия испытываемую пробу высыпают из цилиндра и взвешивают. Затем ее просеивают в зависимости от размера испытываемой фракции через контрольное сито с отверстиями размером:

- 0,90 мм для фракции от 3,0 мм до 7,0 мм;
- 0,63 мм для фракции от 2,5 мм до 5,0 мм.

При испытании фрикционного материала с целевой фракцией, отличной от приведенной выше, размер отверстия контрольного сита рассчитывают, соответственно исходя из наибольшего размера зерна.

4.26 Определение показателя степени воздействия на кожу обуви

Настоящая методика устанавливает определение показателя степени воздействия на кожу обуви ПГРт, ПГРж, ПГРдф, КМ.

Определение показателя степени воздействия ПГМ на кожу обуви проводится для всех перечисленных видов ПГМ, предполагаемых к использованию на тротуарах, придомовых (дворовых) территориях, пешеходных зонах, остановочных комплексах, парковках, территориях социально-медицинского назначения (детские сады, школы, больницы, торговые центры и т.д.), площадях, пешеходных дорогах в зонах рекреационного назначения и других местах скопления людей (ПГМ для пешеходных зон).

4.26.1 Сущность метода

Сущность методики заключается в определении воздействия ПГМ на натуральную кожу, которое выражается в уменьшении линейных размеров (длины и ширины) образца кожи (далее — усадка по площади).

4.26.2 Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, вспомогательным устройствам

При проведении испытаний используются:

- весы лабораторные с максимальной нагрузкой 2100 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Для определения линейных размеров образцов кожи (длины, ширины) применяют:

- линейки металлические по ГОСТ 427;
- линейки чертежные по ГОСТ 17435.

4.26.3 Порядок подготовки к испытаниям

Перед выполнением измерений проводят подготовку посуды, подготовку образцов кожи, отбор и подготовку проб.

4.26.3.1 Подготовка образцов кожи

Для проведения испытаний и получения сопоставимых результатов из стандартной точки натуральной кожи и прилегающих к ней участков отбирают два образца размером 200 × 240 мм (см. рисунок 14) согласно ГОСТ 938.0.

4.26.3.2 Подготовка проб

Для определения показателя степени воздействия на кожу обуви ПГРт, ПГРдф и КМ готовят водный раствор с массовой долей 20 %.

ПГРж испытывают в нативном состоянии (без разбавления).

а) Приготовление водного раствора с массовой долей 20 % из ПГРт

Масса мерной пробы ПГРт должна быть не менее 600 г.

Для приготовления водного раствора с массовой долей 20 % ПГРт пробу берут с естественной влажностью.

Для приготовления раствора ПГРт можно брать мерную пробу как из аналитической пробы продукта в естественном состоянии, так и из размола.

Берут навеску ПГРт массой (600 ± 1) г, массу навески фиксируют до второго десятичного знака и растворяют в 2400 г дистиллированной воды.

б) Приготовление раствора с массовой долей 20 % из ПГРдф

Подготовка пробы ПГРдф по 4.2.8.2. Для определения готовят не менее 3000 $см^3$ раствора.

в) Подготовка проб КМ

Масса мерной пробы КМ зависит от содержания основных действующих веществ.

КМ берется для испытания с естественной влажностью, приготовление раствора по 4.2.8.3. Для определения готовят не менее 3000 $см^3$ раствора.

Размеры в сантиметрах

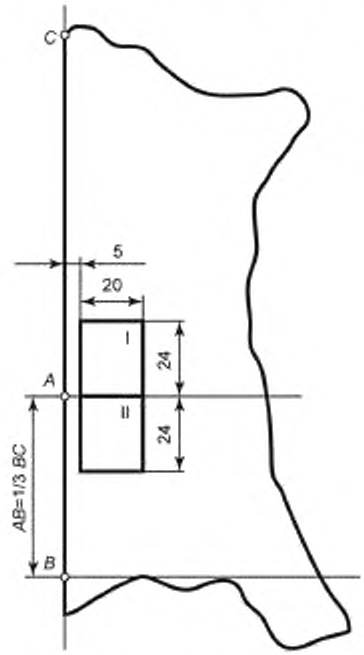


Рисунок 14 — Схема отбора образцов кож для проведения испытаний ПГМ

г) Подготовка проб ПГРж

Объем мерной пробы ПГРж не менее 3 дм^3.

4.26.4 Выполнение измерений

Один образец кожи является контрольным. Его помещают в дистиллированную воду.

Второй образец помещают в водный раствор ПГМ с массовой долей 20 %.

При этом соотношение объема кожи и жидкости везде должно быть одинаковым. Образцы должны быть полностью погружены в жидкость. Образцы выдерживают как в дистиллированной воде, так и в растворе ПГМ в течение 4 ч с последующим высушиванием в нормальных условиях (при температуре (20 ± 3) °С и влажности (65 ± 5) % до постоянной массы.

После того как образцы кожи, обработанные раствором ПГМ, а также контрольные образцы будут высушены, проводят измерение линейных размеров образцов кожи по ГОСТ 938.13.

4.26.5 Обработка результатов измерений

Результат испытаний на уменьшение площади поверхности образца (усадка по площади) определяют по формуле

$$S = \frac{|S_1 - S_2|}{S_1} \cdot 100, \qquad (32)$$

где S — усадка по площади, %;

S_1 — площадь поверхности образца до обработки ПГМ, см^2;

S_2 — площадь поверхности образца после обработки ПГМ, см^2.

4.27 Определение аллергенных свойств ПГМ

Определение аллергенных свойств ПГМ проводят методом проявления гиперчувствительности замедленного типа (ГЗТ) по [2].

4.28 Определение кожно-резорбтивных свойств ПГМ

Определение кожно-резорбтивных свойств ПГМ проводят по [5].

4.29 Определение рабочей температуры ПГР

Настоящая методика устанавливает определение рабочей температуры твердых, жидких и двухфазных ПГР.

4.29.1 Сущность метода

Метод основан на определении массы льда, расплавленного 1 г ПГР за определенный интервал времени при заданных температурных режимах.

Температура испытаний жидких ПГР и двухфазных ПГР при минус (5 ± 2) °С и ниже с шагом 1 градус.

Температура испытаний твердых ПГР при минус (10 ± 2) °С и ниже с шагом 1 градус.

Время каждого испытания — (3,0 ± 0,1) ч.

Температуру измерения продолжают понижать до тех пор, пока значение плавящей способности ПГР не будет ниже 0,5 г/г.

Температура воздуха в помещении, в котором осуществляется испытание, не должна превышать 22 °С.

Рабочей температурой ПГР является минимальная температура, при которой плавящая способность ПГР равна 0,5 г/г.

4.29.2 Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, вспомогательным устройствам

При проведении испытаний используются аппаратура, материалы и устройства по п. 4.18.2.

4.29.3 Подготовка к выполнению испытаний

Подготовка к выполнению испытаний проводится по п. 4.18.3.

4.29.4 Выполнение испытаний

Предварительно взвешенные чаши со льдом (m_1) ставят на весы и обнуляют вес. На гладкую ровную поверхность льда распределяют ровным слоем навеску твердого ПГР в количестве (2,00 ± 0,1) г или жидкого ПГР (4,00 ± 0,1) г. Процедура нанесения должна быть максимально оперативной и продолжаться не более 60 с.

При испытании двухфазного ПГР сначала на поверхность льда равномерно распределяют навеску твердой фазы (предварительно рассчитанную по 4.2.8.2), а затем при помощи кнопочного распылителя для медицинских препаратов наносят навеску жидкой фазы (предварительно рассчитанную по 4.2.8.2) непосредственно на навеску твердой фазы. Рекомендуется количество распылений из распылителя для медицинских препаратов предварительно определить опытным путем для уменьшения времени нахождения чаши со льдом вне камеры тепла-холода. Процедура нанесения должна быть максимально оперативной и продолжаться не более 80 с.

В морозильную камеру или камеру тепла-холода устанавливают чаши со льдом и продуктом, химические жидкие и двухфазные ПГР при температуре минус (5) °С, минус (6) °С и т.д. до тех значений температур, пока плавящая способность не упадет до 0,5 г/г , химические твердые ПГР при минус (10) °С, минус (11) °С и т.д. до тех значений температур, пока плавящая способность не упадет до 0,5 г/г .

Расстояние между чашами в камере должно быть не менее 1/2 диаметра чаши. Камеру закрывают и выдерживают в течение трех часов.

По окончании испытания чаши достают из камеры, образовавшуюся на поверхности льда талую воду сливают, обтирая края чаши фильтровальной бумагой. Данную процедуру выполняют максимально быстро (не более 10 с), чтобы минимизировать искажение результата от таяния льда при комнатной температуре. Чаши с остатками нерасплавленного льда и ПГМ взвешивают (m_2).

Чаши с остатками льда помещают на водяную баню для выпаривания до удаления следов влаги и затем в сушильный шкаф в течение 1 часа для высушивания при температуре (105 ± 5) °С до сухого остатка. После высушивания и охлаждения в эксикаторе чаши с сухим остатком взвешивают (m_3).

Проводят два параллельных определения при каждой температуре.

4.29.5 Обработка результатов испытаний

Обработку результатов испытаний проводят по 4.18.5.

4.29.6 Оформление результата испытаний осуществляют по 4.1.5.3.

5 Порядок оформления результатов испытаний

Результаты испытаний оформляют протоколом, в котором указывают:

- наименование организации, проводившей испытания (сведения об аттестации или аккредитации лаборатории, номер и дату выдачи);

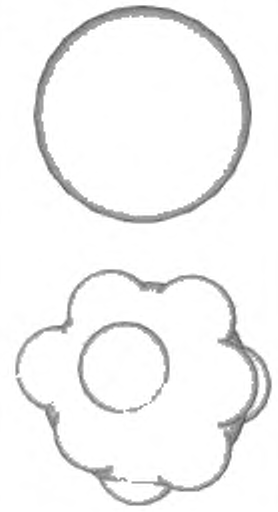
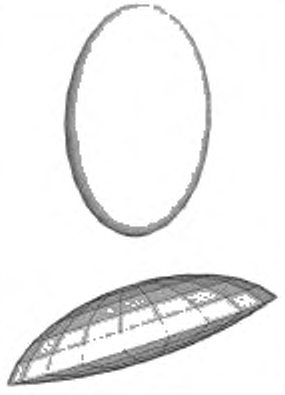
- дату и место проведения испытаний;
- краткую характеристику испытуемого ПГМ (наименование и вид ПГМ, условное обозначение ПГМ, номер партии, дату изготовления, наименование производителя и т.п.);
- наименование метода испытаний;
- дату получения испытываемых образцов и дату проведения испытаний;
- ссылку на акт отбора проб и образцов;
- результаты испытаний, результаты расчета показателей ПГМ с указанием единиц измерений;
- название и адрес заказчика,
- должности, фамилии, инициалы и личные подписи лиц, выполнявших испытания и последующие расчеты;
- приложения (в приложениях могут быть приведены любые материалы, относящиеся к испытуемому ПГМ, необходимость указания которых определяется исполнителем или заказчиком).

Протокол должен быть подписан руководителем организации (лаборатории) либо иным уполномоченным лицом.

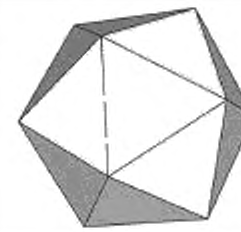
Приложение А
(обязательное)

Виды форм гранул противогололедных материалов

Таблица А.1 — Форма гранул ПГМ

Форма гранулы ПГМ	Описание	Пример
Зернистая (шар, сфера, зерно)	Округлые, шарообразные или зернистые гранулы, с дополнительными выступами или без них	
Эллипсоидная (овал)	Форма, полученная деформацией сферы вдоль трех взаимно перпендикулярных осей	

Окончание таблицы А.1

Форма гранулы ПГМ	Описание	Пример
Цилиндрическая	Гранула, которая ограничена цилиндрической поверхностью и двумя параллельными кругами, пересекающими ее	
Лещадная (игольчатая, пластинчатая, чешуйчатая)	Гранула, в которой длина превосходит толщину (или ширину) в три и более раза	
Угловатая	Гранула-многоугольник с четырьмя и более углами, правильной (кубической, ромбической, тетраэдрической и др.) и/или неправильной формы, а также гранула, не попадающая под определения, описанные в пунктах выше	

Библиография

[1]	МИ 2427-2016	Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Оценка состояния измерений в испытательных, измерительных лабораториях и лабораториях производственного и аналитического контроля
[2]	ТУ 6-09-1678-95	Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя лента)
[3]	ТУ 2600-001-43852015-10	Эфир диэтиловый
[4]	МУ № 1.1.578-96	Требования к постановке экспериментальных исследований по обоснованию предельно допустимых концентраций промышленных химических аллергенов в воздухе рабочей зоны и атмосферы
[5]	МУ № 2172-79	Оценка воздействия вредных химических соединений на кожные покровы и обоснование предельно допустимых уровней загрязнений кожи

УДК 625.7/.8:006.3/.8:006.354 ОКС 93.080.10

Ключевые слова: противогололедные материалы, методы испытаний, порядок оформления результатов испытаний, слеживаемость, зимняя скользкость, коррозия, плавящая способность

БЗ 12—2020

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 05.11.2020. Подписано в печать 17.11.2020. Формат 60×84 1/8 Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 6,51. Уч.-изд. л. 5,89.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва. Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru