

ОТРАСЛЕВОЙ ДОРОЖНЫЙ МЕТОДИЧЕСКИЙ ДОКУМЕНТ

**Методика испытания
противогололедных материалов
(издание официальное)**

МИНИСТЕРСТВО ТРАНСПОРТА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ДОРОЖНОЕ АГЕНТСТВО
(РОСАВТОДОР)

Москва 2004

ОТРАСЛЕВОЙ ДОРОЖНЫЙ МЕТОДИЧЕСКИЙ ДОКУМЕНТ

Утверждено
письмом Росавтодора
от 16.06.03 - № ОС-548-р

**Методика испытания
противогололедных материалов
(издание официальное)**

МИНИСТЕРСТВО ТРАНСПОРТА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ДОРОЖНОЕ АГЕНТСТВО
(РОСАВТОДОР)

Москва 2004

Содержание

Введение.....	4
1. Методы определения свойств твердых противогололедных материалов.....	5
1.1. Общие положения.....	5
1.2. Отбор и подготовка проб.....	6
1.3. Определение органолептических показателей.....	8
1.4. Определение зернового состава.....	9
1.5. Определение влажности.....	10
1.6. Определение массовой доли не растворимого в воде остатка.....	11
1.7. Определение насыпной плотности.....	12
1.8. Определение температуры кристаллизации.....	13
1.9. Определение плавящей способности.....	15
1.10. Определение содержания реагента в песко-соляной смеси	16
1.10.1. Термостатический метод.....	16
1.10.2. Ареометрический метод	18
1.11. Определение пылевидных и глинистых частиц, прочности фрикционных ПГМ	20
2. Методы определения свойств жидких противогололедных материалов.....	20
2.1. Общие положения.....	20
2.2. Определение органолептических свойств жидких ПГМ	21
2.3. Определение водородного показателя pH.....	22
2.4. Определение плотности.....	23

2.5.	Определение общей минерализации (концентрации).....	24
2.6.	Определение температуры кристаллизации.....	25
2.7.	Определение плавящей способности.....	25
3.	Методы оценки экологического воздействия противогололедных материалов.....	25
3.1.	Определение коррозионной активности противогололедных материалов.....	25
3.2.	Определение агрессивного воздействия противогололедных материалов на цементобетон.....	27
3.3.	Определение удельной эффективной активности естественных радионуклидов.....	30
	Нормативные ссылки.....	31

Введение

Противогололедные материалы выпускаются предприятиями-изготовителями без учета дорожных и экологических требований: зернового состава, температуры кристаллизации, плавящей способности, коррозионной активности и др. и, соответственно, без методик по их определению. Это создает трудности не только при проведении входного контроля используемых материалов, но и при выборе способа борьбы с зимней скользкостью, определении норм расхода и технологии работ.

Разработка и внедрение методик по определению качественных показателей противогололедных материалов позволит дорожным организациям повысить качество и эффективность борьбы с зимней скользкостью на дорогах и улицах Российской Федерации и снизить воздействие на окружающую среду.

В документе представлены методики определения органолептических, физико-химических, технологических и экологических показателей для проведения входного контроля противогололедных материалов, применяемых для борьбы с зимней скользкостью.

Методика состоит из трех разделов:

- Определение свойств твердых противогололедных материалов.
- Определение свойств жидких противогололедных материалов.
- Определение экологического воздействия противогололедных материалов.

Документ разработан сотрудниками ГП «РосдорНИИ» (инж. Розовым Ю.Н., канд. хим. наук Мазеповой В.И., канд. техн. наук Полосиной-Никитиной Н.С., канд. техн. наук Паткиной И.А., инженерами Розовым С.Ю., Корюкиным В.И., Френкель О.В.) при участии канд. хим. наук ГОСНИИ ИРЕА Нестеровой Л.А., инж. Васьковского В.В. (Центравтомагистралей Минтранса РФ) и предназначен для Централных лабораторий дорожных организаций (предприятий) Росавтодора Минтранса РФ при проведении входного контроля противогололедных материалов, используемых для борьбы с зимней скользкостью на автомобильных дорогах общего пользования.

Данная редакция документа доработана с учётом замечаний, представленных дорожными организациями.

1. Методы определения свойств твердых противогололедных материалов

1.1. Общие положения

1.1.1. В соответствии с классификацией к твердым противогололедным материалам относят: фрикционные, комбинированные и химические, выпускаемые промышленностью в твердом виде, свойства которых при входном контроле определяют по соответствующим методикам, изложенным ниже.

1.1.2. Свойства химических твердых ПГМ определяют по показателям, объединенным в четыре группы.

1.1.2.1. Органолептические:

- внешний вид (состояние);
- цвет;
- запах.

1.1.2.2. Физико-химические:

- зерновой состав;
- влажность;
- не растворимый в воде остаток;
- насыпная плотность;
- температура кристаллизации;
- водородный показатель (рН).

1.1.2.3. Технологические:

- плавящая способность.

1.1.2.4. Экологические:

- удельная эффективная активность естественных радионуклидов;
- коррозионная активность на металл;
- показатель агрессивности на цементобетон.

1.1.3. Свойства комбинированных и фрикционных ПГМ определяют по следующим показателям:

- зерновой состав (для песка модуль крупности);
- влажность;
- содержание пылевидных и глинистых частиц и глины в комках;
- удельная эффективность естественных радионуклидов.

Кроме того, для фрикционных ПГМ, приготовленных на основе щебня и шлака, определяют марку по прочности, а для шлака - количество металлических примесей.

В комбинированных ПГМ дополнительно определяют количество химических ПГМ в них.

1.2. Отбор и подготовка проб

1.2.1. Отбор проб

Пробы химических ПГМ отбирают от каждой единицы продукции, включенной в выборку. Пробы отбирают шупом либо с использованием пробоотборников любой конструкции, обеспечивающих сохранность зернового состава продукта.

Массу проб определяют взвешиванием на лабораторных весах по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,02 г.

Отобранные пробы объединяют, перемешивают и сокращают до получения средней пробы (рис. 1).

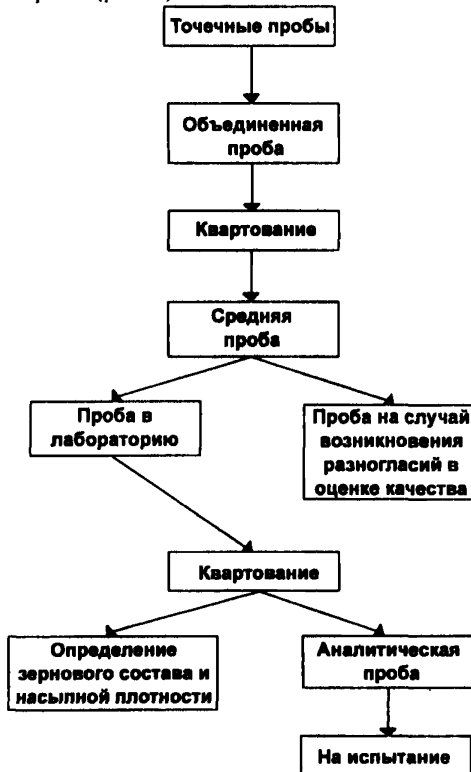


Рис. 1. Схема отбора и подготовки проб

1.2.1.1. Отбор проб от неупакованного продукта, находящегося в движении.

Точечные пробы отбирают из расчета одна проба от 15–20 т продукта методом полного пересечения струи через равные интервалы времени. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,5 кг.

1.2.1.2. Отбор проб от неупакованного продукта из судов, вагонов, автомобилей.

Точечные пробы из судов, вагонов отбирают по п. 1.2.1.1. или в два этапа по схеме (рис. 2). На первом этапе пробы отбирают после выгрузки продукта у дверного проема, на втором – после выгрузки половины продукта. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,5 кг.

Точечные пробы из автомобилей отбирают по п.1.2. 1.1. или по схеме (рис.3). Масса точечной пробы должна быть не менее 200 г.

1.2.1.3. Отбор проб от неупакованного продукта на складе.

С поверхности ПГМ, предварительно очищенного от загрязнений, вырубает полосу сверху вниз шириной не менее 0,5 м и глубиной не менее 0,5м. Полученный продукт смешивают и шупом отбирают не менее пяти точечных проб по схеме конверта. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,5 кг.

Расположение ПГМ в судне и вагоне

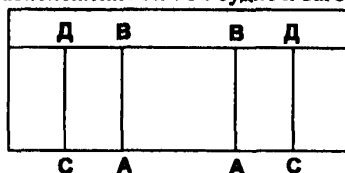


Рис. 2. АВ – первый этап отбора; СД – второй этап отбора

Схемы отбора проб (в плане)

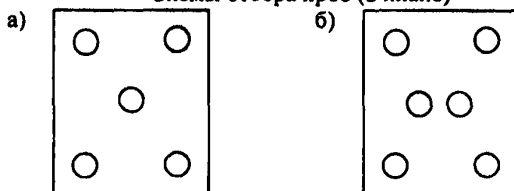


Рис. 3. а – из автомобиля до 5т; б – из автомобиля свыше 5т.

1.2.1.4. Отбор проб от упакованного продукта.

Точечные пробы отбирают любым средством, обеспечивающим сохранность зернового состава, вводя его на $\frac{1}{4}$ высоты упаковки, из расчета одна проба от 15-20 т ПГМ. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,5 кг.

1.2.2. Подготовка средней пробы

Подготовку средней пробы проводят по схеме, приведенной на рис. 1.

Из отобранных точечных проб составляют объединенную пробу, которую после тщательного перемешивания, при необходимости, сокращают методом последовательного квартования. Масса средней пробы должна быть не менее 2,5 кг, часть которой (60%) передается в лабораторию для анализа, остальную часть оставляют на хранение для решения разногласий с поставщиком ПГМ.

Квартование осуществляют следующим способом. ПГМ насыпают на чистую поверхность конусом, уплотняют, нажимая пластиной, до $\frac{1}{4}$ высоты. Затем двумя взаимно перпендикулярными сечениями делят на четыре части. Для приготовления средней пробы используют две противоположные части. Операцию квартования повторяют до тех пор, пока масса средней пробы не составит 2,5 кг.

Допускается использовать делитель типа ДМП-2 или другого типа, обеспечивающий равномерность разделения пробы по массе с относительной погрешностью не более 15%.

1.2.3. Подготовка аналитической пробы

Аналитическую пробу получают методом квартования пробы, переданной для испытаний в лабораторию. Масса аналитической пробы должна быть не менее 300 г.

1.2.4. Отбор проб из фрикционных и комбинированных ПГМ.

Отбор проб из фрикционных и комбинированных противогололедных материалов осуществляют по ГОСТ 8735 (п.п. 2.1. –2.11).

1.3. Определение органолептических показателей

1.3.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в оценке запаха, цвета и внешнего вида ПГМ. Оценку осуществляют органолептическим методом.

1.3.2. Аппаратура

- Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г;
- часы любой марки, обеспечивающие точность измерения ± 2 мин;
- термометр ртутный стеклянный лабораторный;
- ступка фарфоровая по ГОСТ 9147;
- стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см³;

- цилиндр мерный по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см³;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

1.3.3. Подготовка к испытанию

Помещение, в котором проводят органолептические испытания, а также посуда, используемая при испытаниях, должны быть без посторонних запахов.

1.3.4. Проведение испытания

1.3.4.1. Запах ПГМ определяют непосредственно после растирания его в чистой фарфоровой ступке. Количество ПГМ должно быть не менее 20 г.

При температуре окружающего воздуха ниже 15°C пробу ПГМ перед растиранием выдерживают в нормальных условиях (при температуре плюс 20°C) в закрытом сосуде 10-15 мин.

1.3.4.2. Внешний вид и цвет ПГМ определяют следующим образом.

0,5±0,02 кг пробы неизмельченного ПГМ, полученной по п. 1.2.3. для испытаний, рассыпают тонким слоем на чистый лист бумаги или на предварительно очищенную поверхность размером 500х500 мм и визуально определяют внешний вид (состояние) и цвет.

1.4. Определение зернового состава

Метод основан на количественном определении фракций, полученных при рассеивании химических ПГМ на ситах, с последующим вычислением массовой доли каждой фракции.

1.4.1. Аппаратура

- Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г;
- шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне 100-200 °C;
- кисть мягкая № 18 и 20;
- шпатель;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- набор сит для песка по ГОСТ 6613;
- фарфоровые чашки по ГОСТ 9147.

1.4.2. Подготовка к испытанию

Пробу в лаборатории (полученную из средней пробы, отобранной по п. 1.2.2.) высушивают в сушильном шкафу при температуре 105-110°C до постоянной массы и охлаждают до комнатной температуры. Затем отвешивают 2 навески ПГМ по 500 г для параллельных испытаний. Допускается определять зерновой состав ПГМ без предварительного высушивания средней пробы с

параллельным определением содержания в ней влаги по п. 1.5. и последующим пересчетом на сухую массу.

1.4.3. Проведение испытания

Навеску просеивают через набор сит.

Просеивание производят механическим или ручным способами. Продолжительность просеивания должна быть такой, чтобы при контрольном интенсивном встряхивании каждого сита в течение 1 мин через него проходило не более 0,1% общей массы просеиваемой пробы. При механическом просеивании его продолжительность 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.

Содержимое каждого сита и поддона высыпают в предварительно взвешенные фарфоровые чашки и взвешивают.

1.4.4. Обработка результатов

По результатам просеивания вычисляют частный остаток на каждом сите (a_i) в процентах по формуле:

$$a_i = \frac{m_i}{m} \cdot 100, \text{ где}$$

m_i - масса остатка на данном сите, г;

m - масса навески, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,1%.

1.5. Определение влажности

Метод основан на высушивании взвешенной пробы ПГМ и определении потери массы при высушивании.

1.5.1. Аппаратура:

- Шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне 100-200°C;
- бюксы стеклянные по ГОСТ 25336 диаметром 45-50 мм, высотой 40-50 мм;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;
- термометр стеклянный ртутный лабораторный;
- шпатель, щипцы;
- эксикатор по ГОСТ 25336.

1.5.2. Проведение испытаний

Из аналитической пробы берут 20-30 г ПГМ, помещают его в предварительно высушенный и взвешенный (вместе с крышкой) бюкс; крышку бюкса закрывают и бюкс с пробой взвешивают. Затем бюкс без крышки с пробой помещают в сушильный шкаф.

Пробу высушивают до постоянной массы при температуре 105-110°C. Затем бюкс закрывают крышкой, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и вновь взвешивают.

Проведение испытаний при определении влажности фрикционных и комбинированных ПГМ производят по ГОСТ 8735.

1.5.3. Обработка результатов

Влажность (W) в процентах вычисляют по формуле:

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m} \cdot 100, \text{ где}$$

m_1 – масса навески естественной влажности с бюксом, г;

m_2 – масса высушенной навески с бюксом, г;

m – масса пустого бюкса, г.

Для каждого испытуемого твердого противогололедного материала производят не менее двух определений влажности и берут среднее арифметическое из результатов этих определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,2%.

1.6. Определение массовой доли не растворимого в воде остатка

Метод основан на растворении заданного количества пробы ПГМ в воде, фильтровании полученного раствора, сушке и взвешивании нерастворимого остатка.

1.6.1. Аппаратура

- Весы аналитические по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;
- баня водяная;
- колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 500 см³;
- стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336, вместимостью 300 см³;
- стекла часовые по ГОСТ 25336;
- фильтры беззольные «синяя лента»;
- шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне 100-200°C;
- термометр стеклянный ртутный лабораторный;

- бюксы стеклянные по ГОСТ 25336 диаметром 45-50 мм, высотой 40-50 мм;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

1.6.2. Проведение испытания

Из аналитической пробы, приготовленной по п. 1.2.3, отбирают и взвешивают в предварительно высушенный и взвешенный бюкс навеску ПГМ массой 10 г, переносят в стакан вместимостью 300 см³ и добавляют 150-200 см³ горячей дистиллированной воды.

Полученный раствор накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане 30 мин. Раствор охлаждают до температуры 20-25°C и фильтруют в мерную колбу через беззольный фильтр «синяя лента», предварительно высушенный при температуре 100-105°C, охлажденный в эксикаторе и взвешенный. Осадок на фильтре промывают горячей водой не менее 3-х раз.

Фильтр с нерастворимым остатком переносят в бюкс и высушивают при температуре 100-105°C до постоянной массы.

Первое взвешивание проводят через 1 ч после помещения осадка в шкаф, последующие через 0,5 ч. Сушку считают законченной, если разница между двумя взвешиваниями не превышает 0,0002 г.

1.6.3. Обработка результатов

Массовую долю не растворимых в воде веществ (M) в процентах, в пересчете на сухое вещество, вычисляют по формуле:

$$M = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{m \cdot (100 - W)}, \text{ где}$$

m – масса навески, г;

m_1 – масса бюкса с фильтром и не растворимым в воде остатком, г;

m_2 – масса бюкса с чистым фильтром, г;

W – массовая доля влаги, определенная по п.1.5.3, %.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,25%.

1.7. Определение насыпной плотности

1.7.1. Сущность метода

Насыпную плотность определяют взвешиванием пробы противогололедного материала естественной влажности в мерном сосуде.

1.7.2. Аппаратура

- Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г;
- сосуд мерный цилиндрический, покрытый антикоррозионным составом, вместимостью 1000 см³ (диаметр и высота по ГОСТ 27002);
- линейка металлическая;
- совок пластмассовый;
- сита с круглыми отверстиями диаметром 10 мм по ГОСТ 6613;
- воронка для засыпки противогололедного материала в мерный сосуд.

1.7.3. Подготовка к испытанию

Навеску материала в количестве 1500 г в состоянии естественной влажности просеивают через сито с круглыми отверстиями диаметром 10 мм.

1.7.4. Проведение испытания

При определении насыпной плотности противогололедный материал естественной влажности насыпают совком через воронку в предварительно взвешенный мерный сосуд с высоты 100 мм от верхней поверхности сосуда до образования конуса. Конус без уплотнения материала выравнивают с краями сосуда металлической линейкой, затем сосуд с противогололедным материалом взвешивают.

Определение насыпной плотности материала производят два раза, при этом каждый раз берут новую навеску.

1.7.5. Обработка результатов

Насыпную плотность γ в г/см³ вычисляют по формуле:

$$\gamma = \frac{(m_1 - m)}{V}, \text{ где}$$

m – масса пустого мерного сосуда, г;

m_1 – масса мерного сосуда с противогололедным материалом, г;

V – объем мерного сосуда, см³.

Насыпную плотность противогололедного материала вычисляют как среднее арифметическое двух результатов определений.

1.8. Определение температуры кристаллизации

1.8.1. Сущность метода

Метод испытаний заключается в установлении начала замерзания (образования кристаллов льда) растворов противогололедных материалов различной концентрации и определении эвтектической температуры, которая

выявляет температурный предел возможного взаимодействия ПГМ со снегом и льдом.

1.8.2. Аппаратура

- Морозильная камера, обеспечивающая достижение и поддержание температуры до минус $50 \pm 5^\circ\text{C}$;
- цилиндры емкостью 100 см^3 по ГОСТ 1770;
- термометры поверенные со шкалой $-60 \div +20^\circ\text{C}$ и погрешностью $\pm 1^\circ\text{C}$ по ГОСТ 13646;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

1.8.3. Подготовка к испытанию

Из твердых противогололедных материалов, содержащих хлористый магний и хлористый кальций, ацетаты и др., готовят водные растворы 10, 20 и 30%-ной концентрации, а содержащих хлористый натрий – растворы 10 и 20%-ной концентрации. При необходимости для полного растворения противогололедного материала допускается подогрев дистиллированной воды по ГОСТ 6709. Растворы разливаются в цилиндры емкостью 100 мл.

Для каждой концентрации производят параллельно испытания двух образцов раствора.

1.8.4. Проведение испытания

Цилиндры с растворами противогололедного материала определенной концентрации помещают в морозильную камеру на специальные стеллажи. В цилиндры опускают термометры. Камеру закрывают и включают. После установления в закрытой камере температуры минус $10 \pm 1^\circ\text{C}$ снимают показания термометров в цилиндрах через каждые 2°C понижения температуры в камере. Для снятия показаний термометров камеру открывают.

Температура, при которой в цилиндре с раствором ПГМ появились кристаллы льда, принимают за температуру кристаллизации данного раствора.

После испытания цилиндры извлекают из морозильной камеры и оттаивают на воздухе при комнатной температуре. При разности показаний температур более $\pm 1^\circ\text{C}$ опыты повторяют.

Для определения эвтектической температуры противогололедного материала готовят насыщенный раствор. В этом случае твердый химический противогололедный материал растворяют в воде до тех пор, пока растворение не прекратится, то есть до достижения состояния насыщения раствора. Эвтектическую температуру замерзания насыщенного раствора определяют методом, указанным выше.

1.8.5. Обработка результатов

За температуру кристаллизации раствора определенной концентрации принимают наиболее высокую из двух параллельных испытаний. Точку эвтектики для насыщенного раствора устанавливают по самой низкой температуре, при которой раствор полностью замерзает, образуя твердую фазу из льда и выкристаллизовавшейся из раствора соли.

1.9. Определение плавящей способности

1.9.1. Сущность метода

Метод основан на определении массы льда, расплавленного 1 г химического противогололедного материала за определенный интервал времени при заданном температурном режиме. Температура испытания минус $5 \pm 1^\circ\text{C}$. Время испытания – 2 часа.

1.9.2. Аппаратура

- Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;
- шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне $100\text{--}200^\circ\text{C}$;
- морозильная камера, обеспечивающая достижение температуры минус $22 \pm 2^\circ\text{C}$ и возможность регулирования и поддержания температуры минус $5 \pm 1^\circ\text{C}$;
- песчаная баня;
- стандартное сито с круглыми отверстиями диаметром 5 мм, по ГОСТ 6613;
- стеклянные боксы с крышками по ГОСТ 25336;
- металлические цилиндрические чаши с плоским дном внутренним диаметром 100 ± 1 мм и высотой $10 \pm 0,5$ мм, толщиной стенок $1 \pm 0,1$ мм из коррозионно-стойкого материала, не теряющие форму и качество при отрицательных температурах воздуха;
- алюминиевый диск толщиной 10 ± 1 мм и диаметром 95 ± 2 мм.

1.9.3. Подготовка к испытанию

Для приготовления льда во взвешенные чаши ($m_{\text{л}}$) заливают дистиллированную воду по ГОСТ 6709 в количестве 65 ± 5 мл и устанавливают в холодильную камеру на ровную плоскую поверхность.

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 холодильную камеру и повторно замораживают. Толщина льда в чаше должна быть не менее 5 мм.

Пробу противогололедного материала просеивают через сито с круглыми отверстиями диаметром 5 мм и высушивают. В стеклянные бюксы отвешивают предварительно высушенную навеску массой $2 \pm 0,02$ г. Бюксы закрывают крышкой и хранят в эксикаторе с водопоглотителем до испытания.

1.9.4. Проведение испытания

В холодильную камеру при температуре минус $5 \pm 1^\circ\text{C}$ устанавливают предварительно взвешенные чаши со льдом (m_1). Расстояние между чашами в камере должно быть не менее $1/2$ диаметра чаши. Допускается испытание при одном режиме нескольких чашек с различными противогололедными материалами.

На гладкую ровную поверхность льда распределяют ровным слоем навеску ПГМ в количестве $2 \pm 0,02$ г из стеклянных бюксов. Морозильную камеру после проведения указанных операций закрывают на 2 часа.

По окончании испытания талую воду, образовавшуюся на поверхности льда, сливают, и чаши с остатками нерасплавленного льда и ПГМ взвешивают (m_2).

Затем чаши с остатками льда помещают на песчаную баню для выпаривания и потом в сушильный шкаф для высушивания при температуре $105 \pm 5^\circ\text{C}$ до сухого остатка. После высушивания и охлаждения в эксикаторе чаши с сухим остатком взвешивают (m_3).

1.9.5. Обработка результатов

Плавящую способность ПГМ или количество расплавленного льда M , г/г, одним граммом противогололедного материала вычисляют по формуле:

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

m_1 – масса чаши со льдом до обработки ПГМ, г;

m_2 – масса чаши после испытания с остатками нерасплавленного льда и ПГМ, г;

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

m_0 – масса пустой чаши, г;

$m_{\text{ПГМ}}$ – масса навески ПГМ (2г), г.

За результаты испытания принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

1.10. Определение содержания реагента в песко-соляной смеси

1.10.1. Термостатический метод

1.10.1.1. Сущность метода

Содержание реагента (на основе хлористых солей) определяют по сухому остатку, который остается при выпаривании водной вытяжки из ПСС (песко-соляной смеси).

1.10.1.2. Аппаратура

- Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г;
- шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне 100–200°C;
- песчаная баня;
- колбы вместимостью 500 см³, по ГОСТ 1770;
- фарфоровые стаканы вместимостью не менее 500 мл, по ГОСТ 9147;
- фильтры бумажные или фильтровальная бумага по ГОСТ 12026;
- воронка стеклянная по ГОСТ 25336;
- стандартное сито с круглыми отверстиями диаметром 5 мм, по ГОСТ 6613;
- эксикатор, по ГОСТ 25336;
- стеклянные бюксы вместимостью 10-50 см³ с крышками по ГОСТ 25336;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

1.10.1.3. Подготовка к испытанию

Лабораторную пробу ПСС в количестве 200 г просеивают через сито 5 мм, высушивают до постоянной массы.

Отбирают аналитическую пробу в виде двух навесок по 50 г.

Подогревают дистиллированную воду до кипения.

1.10.1.4. Проведение испытания

Навески помещают в фарфоровые стаканы и заливают горячей дистиллированной водой в соотношении 1:10. Выдерживают в течение 2 ч, перемешивая через каждые 20 мин.

Затем фарфоровый стакан ставят на плитку (1^{ый} диапазон) и выдерживают в течение 15 мин при постоянном помешивании.

После этого полученную суспензию сливают через бумажный фильтр в предварительно взвешенную колбу.

Взвешивают колбу с жидкостью и определяют массу фильтрата ($M_{\text{ж}}$), затем взвешивают фильтр с влажным осадком на нем ($M_{\text{ал.осм}}$).

Из профильтрованной жидкости (фильтрата) отбирают пробы для определения сухого остатка. Для этого в стеклянные, предварительно взвешенные бюксы (m_0) заливают жидкость в количестве не менее 10 г и взвешивают (m_1).

Бюксы с фильтратом помещают на песчаную баню для выпаривания, а затем в сушильный шкаф для высушивания при температуре 105±5°C до постоянной массы. При выпаривании следят, чтобы не было кипения и разбрызгивания жидкости.

Затем бюксы закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе и взвешивают (m_2).

Влажный осадок вместе с фильтром высушивают до постоянной массы в сушильном шкафу и взвешивают ($M_{\text{сух.ост.}}$).

1.10.1.5. Обработка результатов

Содержание реагента в ПСС вычисляют в три этапа:

1) Массовую долю сухого остатка определяют в долях единицы (с точностью до четвертого десятичного знака) по формуле:

$$M_{\text{со}} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}, \text{ где}$$

m_2 – масса бюкса с сухим остатком, г;

m_1 – масса бюкса с жидкостью, г;

m_0 – масса пустого бюкса, г.

2) По сухому остатку определяют для всей водной вытяжки количество реагента по формуле:

$$M_{\text{пгм}} = M_1 \cdot M_{\text{со}}, \text{ где}$$

M_1 – масса водной вытяжки, определяемая как сумма массы жидкости, прошедшей через фильтр ($M_{\text{ж}}$), и жидкости, задержавшейся на фильтре и влажном осадке ($M_{\text{вл.ост.}} - M_{\text{сух.ост.}}$), г;

$M_{\text{вл.ост.}}$ – масса влажного осадка вместе с фильтром, г;

$M_{\text{сух.ост.}}$ – масса осадка вместе с фильтром после высушивания до постоянной массы, г.

3) Содержание реагента в ПСС определяют в процентах по формуле:

$$P_{\text{пгм}} = \frac{M_{\text{пгм}} \cdot 100}{P_{\text{псс}}}, \text{ где}$$

$M_{\text{пгм}}$ – масса реагента, г;

$P_{\text{псс}}$ – масса навески ПСС, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

1.10.2. Ареометрический метод

1.10.2.1 Сущность метода

Метод основан на определении плотности раствора, полученного растворением соли из пескосоляной смеси водой. Метод может быть применен для известных видов используемых солей (NaCl , MgCl_2 , CaCl_2) при приготовлении ПСС.

1.10.2.2. Аппаратура

- Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 3000 г;

- шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне 100–200°C;
- термометр стеклянный ртутный лабораторный;
- колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 500 см³;
- набор ареометров по ГОСТ 18481 от 1,0 до 1,4 г/см³ с ценой деления 0,001 г/см³;
- цилиндрический стеклянный сосуд высотой не менее 300 мм и вместимостью не менее 3000 см³ по ГОСТ 23932.

1.10.2.3. Подготовка к испытанию

Аналитическую пробу ПСС высушивают до постоянной массы и берут из нее навеску массой 1000 г.

Навеску помещают в стеклянный сосуд и заливают дистиллированной водой в соотношении 1:2. Тщательно перемешивают и оставляют на 1 сутки до полного растворения соли.

1.10.2.4. Проведение испытания

Через 1 сутки суспензию перемешивают, дают отстояться в течение 1 часа и определяют плотность ареометром (г/см³).

По полученной плотности с помощью справочной таблицы определяют концентрацию раствора (г/л) для используемой соли в ПСС.

Таблица.

Плотность раствора при температуре 20°C, г/см ³	Концентрация раствора, г/л, на основе		
	NaCl	MgCl ₂	CaCl ₂
1,02	29	26	25
1,04	58	50	50
1,06	88	76	89
1,08	118	101	102
1,10	149	127	126
1,12	181	154	153
1,14	214	182	180
1,16	246	208	206
1,18	279	237	236
1,20	312	268	263
1,22	—	277	290
1,24	—	332	319
1,26	—	365	346
1,28	—	386	383
1,30	—	422	409
1,32	—	459	436
1,34	—	—	466
1,36	—	—	496
1,38	—	—	526
1,40	—	—	563

1.10.2.5. Обработка результатов

Массовую долю реагента ($P_{ПГМ}$) в процентах от общей массы ПСС определяют по формуле:

$$P_{ПГМ} = \frac{n \cdot V \cdot 100}{m}, \text{ где}$$

n – концентрация раствора по справочной таблице, г/л;

V – количество растворенной воды, л;

m – масса навески сухой ПСС, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

1.11. Определение пылевидных и глинистых частиц, прочности фрикционных ПГМ

Определение пылевидных и глинистых частиц, глины в комках, марки по прочности фрикционных ПГМ производят по ГОСТ 8735 (песок) и ГОСТ 9269.0 (щебень, шлак).

2. Методы определения свойств жидких противогололедных материалов

2.1. Общие положения

2.1.1. Методы испытаний жидких химических противогололедных материалов предназначены для проведения входного контроля на предприятиях-потребителях.

При входном контроле на предприятии-потребителе из поступившей партии жидкого ПГМ отбирают пробоотборником пробы из трех разных по высоте мест: вблизи поверхности продукта, из середины и вблизи дна.

Отобранные пробы наливают в чистую сухую бутылку или банку, тщательно перемешивают и составляют среднюю лабораторную пробу объемом не менее 3 л.

Масса лабораторной пробы должна обеспечивать проведение всех предусмотренных испытаний.

2.1.2. Для каждого испытания из лабораторной пробы отбирают аналитическую пробу. Из аналитической пробы отбирают количество ПГМ в соответствии с методикой испытаний.

Емкости для проведения испытаний должны быть из коррозионно-стойких материалов.

2.1.3. Результаты испытаний рассчитывают с точностью до второго знака после запятой, если в методике не даны другие указания относительно точности вычислений.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, предусмотренных для соответствующего метода.

2.1.4. Температура воздуха в помещении, в котором проводят испытания, должна быть $22 \pm 2^\circ\text{C}$ и относительная влажность воздуха $50 \pm 15\%$.

2.1.5. Свойства химических жидких ПГМ определяют по показателям, объединенным в четыре группы.

2.1.5.2. Органолептические:

- запах;
- цвет;
- мутность.

2.1.5.2. Физико-химические:

- водородный показатель (рН);
- плотность;
- общая минерализация (концентрация);
- температура кристаллизации.

2.1.5.3. Технологические:

- плавящая способность.

2.1.5.4. Экологические:

- коррозионная активность на металл;
- показатель агрессивности на цементобетон;
- удельная эффективная активность естественных радионуклидов.

2.2. Определение органолептических свойств жидких ПГМ

2.2.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в оценке запаха, цвета и мутности. Оценку осуществляют органолептическим методом.

2.2.2. Аппаратура

- Колба плоскодонная с притертой пробкой по ГОСТ 1770 вместимостью $250-300\text{ см}^3$;
- цилиндры емкостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

2.2.3. Проведение испытания

2.2.3.1. Характер запаха ПГМ определяют ошущением воспринимаемого запаха (хлорный, уксусный, спиртовой, парфюмерный и др.).

В колбу с притертой пробкой вместимостью $250-300\text{ см}^3$ отмеривают 100 см^3 жидкого ПГМ с температурой 20°C . Колбу закрывают, содержимое колбы несколько раз перемешивают вращательными движениями, после чего колбу открывают и определяют характер и интенсивность запаха по таблице.

Таблица.

Интенсивность запаха	Характер проявления запаха
Нет	Запах не ощущается
Слабая	Запах замечен, но не определяется качественно.
Сильная	Запах настолько сильный, что позволяет определить его характер.

2.2.3.2. Цвет жидкого ПГМ определяют визуально. Для этого в цилиндр отмеривают 100 см³ жидкого ПГМ и производят просмотр на белом фоне.

2.2.3.3. Для определения мутности пробу в цилиндре интенсивно взбалтывают и производят просмотр на белом фоне.

2.2.3.4. Органолептические показатели определяют при комнатной температуре 20±5°C.

2.3. Определение водородного показателя (рН)

2.3.1. Сущность метода

Кислотность и щелочность раствора характеризуются концентрацией водородных ионов [H⁺], но удобнее пользоваться величиной, называемой водородным показателем рН.

Водородный показатель рН равен десятичному логарифму концентрации ионов водорода [H⁺], взятому с обратным знаком, $pH = -\lg [H^+]$

При 25°C в нейтральных растворах концентрация как ионов водорода, так и гидроксид-ионов равна 10⁻⁷ моль/л, рН=7. Кислая среда рН<7, щелочная среда рН>7.

2.3.2. Аппаратура

- Сосуд мерный цилиндрический вместимостью 100см³ по ГОСТ 25336;
- набор индикаторной бумаги;
- рН-метр (0÷12 единиц).

2.3.3. Подготовка к испытанию

Водородный показатель рН измеряется различными методами: индикаторной бумагой и рН-метром.

Индикаторная бумага (полоска) выпускается готовая к применению для различных рН от 0 до 12 ед. Применяется при экспресс-анализе.

Более точное определение рН проводят с помощью инструментальных методов (рН-метрии). Подготовку к работе и проведение испытаний осуществляют по прилагаемой к прибору инструкции.

2.3.4. Проведение испытания

Жидкий ПГМ известной концентрации вливают в чистый цилиндр и опускают в него полоску индикаторной бумаги (специальные полоски универсальной индикаторной бумаги pH 0÷12). Фиксируют изменение окраски полоски бумаги.

Изменение окраски индикаторной бумаги приведено обычно на крышке набора этих специальных полосок.

Определение водородного показателя (pH) с помощью специальных приборов осуществляют по методикам, изложенным в инструкции по эксплуатации данных приборов.

2.3.5. Обработка результатов

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

2.4. Определение плотности

2.4.1. Сущность метода

Определение массы единичного объема жидкого ПГМ. Плотность жидкого ПГМ определяют ареометром.

2.4.2. Аппаратура

- Мерный цилиндр вместимостью не менее 100 см³ по ГОСТ 25336;
- набор ареометров от 1,00 до 1,40 г/см³ по ГОСТ 18481 с ценой деления 0,001 г/см³ при температуре от 15 до 35°C;
- термометр ртутный стеклянный лабораторный.

2.4.3. Подготовка к испытанию

Если проба жидкого ПГМ прозрачна и не имеет осадка, то можно сразу приступить к анализу.

Если в пробе произошло выпадение солей, их переводят в раствор. Это достигается нагреванием бутылки с пробой в теплой воде с периодическим взбалтыванием.

Плотность определяют при температуре раствора 20±1°C.

2.4.4. Проведение испытания

Жидкий ПГМ вливают в чистый цилиндр и осторожно опускают в него ареометр. Ареометр не должен касаться стенок сосуда. Отмечают показания на шкале ареометра в точке, соприкасающейся с поверхностью жидкости в цилиндре. Одновременно измеряют температуру жидкости.

2.4.5. Обработка результатов

Плотность жидкого ПГМ выражают в г/см³ по среднему показанию ареометра из двух параллельных определений.

2.5. Определение общей минерализации (концентрации)

2.5.1. Сущность метода

Общую минерализацию жидкого ПГМ определяют по сухому остатку методом выпаривания.

2.5.2. Аппаратура

- Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;
- шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне 100–200°C;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- песчаная баня;
- стеклянные бюксы вместимостью 10-50 см³ с крышками по ГОСТ 25336.

2.5.3. Подготовка к испытанию

Стеклянные бюксы промывают дистиллированной водой, высушивают в течение 30 мин в сушильном шкафу, охлаждают и взвешивают. В стеклянные бюксы заливают жидкий ПГМ в количестве не менее 10 г и взвешивают.

2.5.4. Проведение испытания

Бюксы с жидким ПГМ помещают на песчаную баню и выпаривают до появления сухого остатка. При выпаривании следят, чтобы не было кипения и разбрызгивания исследуемого материала. Затем бюксы очищают от прилипшего к бюксу песка и сушат в сушильном шкафу при температуре 105±5°C до постоянной массы (2-3ч). Бюксы охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.5.5. Обработка результатов

Массовую долю сухого остатка (M_{co}) определяют в процентах по формуле:

$$M_{co} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}, \text{ где}$$

m_2 – масса бюкса с сухим остатком, г;

m_0 – масса пустого бюкса, г;

m_1 – масса бюкса с жидким ПГМ, г.

2.6. Определение температуры кристаллизации

Определение температуры кристаллизации производят по п. 1.8. данного документа с той лишь разницей, что для испытания берут готовый жидкий ПГМ и определяют точку его замерзания.

2.7. Определение плавящей способности

Определение плавящей способности жидких ПГМ (естественной концентрации, выпускаемой заводом-изготовителем) проводят по п. 1.9. данного документа с той лишь разницей, что для испытания берут пробу жидкого ПГМ в количестве $4 \pm 0,02$ г.

3. Методы оценки экологического воздействия противогололедных материалов

3.1. Определение коррозионной активности противогололедных материалов

3.1.1. Сущность метода

За меру агрессивного воздействия противогололедного материала на металл принята скорость потери массы на единицу площади образца за определенный промежуток времени по ГОСТ 9.905.

Ускорения коррозионного процесса достигают погружением образца металла в раствор противогололедного материала определенной концентрации (5%) с последующим его высушиванием на воздухе и в сушильном шкафу и выдерживанием в паровоздушной среде со 100%-ной влажностью.

3.1.2. Аппаратура и реактивы

- Весы аналитические по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200г;
- шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне 100–200°C;
- эксикаторы по ГОСТ 25336;
- стаканы стеклянные объемом 200-500 мл по ГОСТ 23932;
- плоские металлические пластины прямоугольной или квадратной формы из стали (Ст.3) размером 50x50x0,5мм или 100x100x1,5мм. Допустимая погрешность при изготовлении пластин ± 1 мм для ширины и длины пластин и $\pm 0,1$ мм для толщины;
- реактивы: травлёная соляная кислота по ГОСТ 3118 с ингибитором уротропином; натрий двууглекислый (сода) по ГОСТ 2156; ацетон по ГОСТ 2768 или спирт по ГОСТ 18300; дистиллированная вода по ГОСТ 6709;
- фильтровальная бумага, ветошь.

3.1.3. Подготовка к испытанию

Пластины маркируют путем клеймения. Для размещения пластин на углах сверлят отверстия. Кромки образцов и края отверстий не должны иметь заусенец. Подготовку образцов к испытаниям проводят по ГОСТ 9.909 следующим образом.

Металлические пластины обезжиривают спиртом или ацетоном. При этом допускается применять мягкие щетки, кисти, вату. После обезжиривания пластины берут только за торцы руками в хлопчатобумажных перчатках или пинцетом. Перед испытанием измеряют геометрические размеры пластин, вычисляют их площадь (6 поверхностей) и взвешивают на аналитических весах с точностью 0,0001 г.

Испытание металлических пластин осуществляют в растворах ПГМ 5%-ной концентрации. Количество раствора в испытательной емкости должно быть не менее 10 см³ на 1 см² поверхности пластины с учетом их полного погружения в раствор. Расстояние между пластинами и до стенок емкости должно быть не менее 10 мм.

3.1.4. Проведение испытаний

Металлические пластины опускают в коррозионную среду (5%-ный раствор ПГМ) на 1 ч. Пластины вынимают из раствора и выдерживают на воздухе 1 ч. Затем высушивают в сушильном шкафу при температуре 60±2°C в течение 1 ч. Пластины размещают в эксикаторе над водой и выдерживают при закрытой крышке в течение 1 суток. По окончании испытаний пластины промывают струей дистиллированной воды. Осушают фильтровальной бумагой, мягкой ветошью. Твердые продукты коррозии удаляют с поверхности пластин химическим методом в соответствии с ГОСТ 9.907. Сущность химического метода состоит в растворении продуктов коррозии в растворе определенного состава. Пластины обрабатывают соляной кислотой с добавлением ингибитора уротропина до полного удаления коррозии. Затем промывают проточной водой, нейтрализуют в растворе соды 5%-ной концентрации и обезжиривают ацетоном или спиртом. После обработки пластины промывают дистиллированной водой, осушают фильтровальной бумагой (мягкой ветошью) и помещают в сушильный шкаф с температурой 60°C на 15-30 мин. Перед взвешиванием пластины выдерживают в эксикаторе с осушителем (CaCl₂) 24 ч. Взвешивание производят на аналитических весах.

3.1.5. Обработка результатов

За основной количественный показатель коррозии принимают скорость потери массы на единицу площади образца (г/м²·час). Скорость коррозии (K) вычисляют по формуле:

$$K = \frac{\Delta m}{S \cdot t}, \text{ где}$$

Δm – потеря массы образца, г;
 S – площадь поверхности образца, м²;
 t – продолжительность испытания, ч.

3.2. Определение агрессивного воздействия противогололедных материалов на цементобетон

3.2.1. Сущность метода

Агрессивность противогололедного материала (ПГМ) оценивается по степени его влияния на морозостойкость поверхностных слоев бетона.

За меру агрессивного воздействия ПГМ на цементобетон принята способность образцов сохранять состояние (отсутствие трещин, сколов, шелушения поверхности и др.) и массу при многократном переменном замораживании-оттаивании в растворе ПГМ. Ускорения процесса достигают понижением температуры замораживания до минус 50±5°C в соответствии с ГОСТ 10060.2.

За критерий коррозионной стойкости принимают величину допустимой потери массы испытываемых образцов, приведенную к его объему, в размере 0,07 г/см³ ($\Delta m^0_{\text{до}}$).

3.2.2. Аппаратура

- Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г;
- оборудование для изготовления и хранения бетонных образцов-балочек должно соответствовать требованиям ГОСТ 22685 и ГОСТ 10180;
- морозильная камера, обеспечивающая достижение и поддержание температуры до минус 50±5°C;
- емкости для насыщения и испытания образцов в растворе ПГМ из коррозионно-стойких материалов;
- ванная для оттаивания образцов, оборудованная устройством для поддержания температуры раствора ПГМ в пределах 18±2°C.

3.2.3. Подготовка к испытанию

Бетонные образцы для испытания на коррозионную стойкость изготавливают из бетона В30 (М400) или В22,5 (М300) с водоцементным отношением В/Ц не более 0,5, подвижностью бетонной смеси П1 по ГОСТ 7473.

Для приготовления бетона используют материалы (песок, щебень, цемент, воду), отвечающие требованиям соответствующих ГОСТ. Максимальная крупность щебня - 10 мм.

Отклонение между собой значений средней плотности бетона отдельных образцов к моменту их испытаний не должно превышать 0,05 г/см³.

Способ и режим твердения образцов бетона для испытания на коррозионную стойкость следует принимать по ГОСТ 18105, ГОСТ 10180 и ГОСТ 22783.

Размер образцов-балочек 4х4х16 см. Количество образцов для одной серии испытаний - бшт.

Образцы для испытаний не должны иметь внешних дефектов.

Подготовку образцов к испытанию следует проводить в соответствии с ГОСТ 10060.0. Испытания бетонных образцов осуществляют в растворах 10%-ной концентрации, приготовленных на дистиллированной воде (ГОСТ 6709).

Образцы маркируют, замеряют геометрические размеры, оценивают внешнее состояние.

Контрольные образцы (3 образца) в течение 96 ч (или под вакуумом в течение 1ч) насыщают при температуре $18\pm 2^{\circ}\text{C}$ в 10%-ном растворе NaCl (ГОСТ 4233), а основные образцы (3 образца) насыщают в 10%-ном растворе испытуемого ПГМ в соответствии с требованиями п. 4.11 ГОСТ 10060.0. Уровень жидкости должен быть не менее 20 мм над верхней гранью образцов. После насыщения образцы осушают влажной тканью и взвешивают на воздухе и в воде.

3.2.4. Проведение испытания

Объем образцов бетона после водонасыщения определяют методом гидростатического взвешивания по ГОСТ 12730.1. Точность взвешивания до 0,02 г.

Контрольные и основные образцы (по 3 образца) после насыщения в эталонном (NaCl) и испытуемом ПГМ подвергают испытаниям на замораживание и оттаивание. Для этого насыщенные образцы помещают в морозильную камеру на две деревянные прокладки: при этом расстояние между образцами должно быть не менее 10 мм. Образцы помещают в морозильную камеру при температуре воздуха в ней не выше минус 10°C .

Температуру воздуха в морозильной камере измеряют в центре ее объема в непосредственной близости от образцов. После установления в закрытой камере температуры минус 10°C её понижают в течение $2\pm 0,5$ ч до минус $50\pm 5^{\circ}\text{C}$ и делают выдержку при этой температуре $2\pm 0,5$ ч.

Далее температуру в камере повышают в течение $2\pm 0,5$ ч до минус 10°C и при этой температуре выгружают из нее образцы. Образцы оттаивают в течение $2\pm 0,5$ ч в ваннах с эталонным 10%-ным раствором (NaCl) и 10%-ным раствором ПГМ при температуре $18\pm 2^{\circ}\text{C}$. При этом образцы погружают в ванну таким образом, чтобы каждый из них был окружен слоем жидкости не менее 50 мм.

Общее число циклов испытания зависит от состояния образцов и агрессивности ПГМ. Число циклов испытания образцов в течение суток должно быть не менее одного. В случае вынужденного перерыва в испытании образцы хранят в растворе ПГМ не более пяти суток. При перерыве в испытании более 5 суток возобновляют их на новых сериях образцов. После каждых пяти циклов

испытаний контролируют состояние образцов (появление трещин, сколов, шелушение поверхности) и массу путем взвешивания. Перед взвешиванием образцы промывают чистой водой, поверхность осушают влажной тряпкой.

После каждого пяти циклов попеременного замораживания-оттаивания следует заменить 10%-ные растворы испытуемого ПГМ и NaCl в ванне для оттаивания на вновь приготовленные.

3.2.5. Обработка результатов

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

Оценку степени агрессивности испытуемого ПГМ проводят в следующей последовательности:

1) Определяют объем (V) образцов по результатам взвешивания на воздухе и в воде (гидростатического взвешивания):

$$V = \frac{m_0 - m_n}{\rho_s}, \text{ где}$$

m_0 - масса образца, насыщенного в течение 96 часов в 10%-ном растворе испытуемого ПГМ и NaCl, определенная взвешиванием на воздухе, г;

m_n - масса образца, насыщенного в течение 96 часов в 10%-ном растворе испытуемого ПГМ и NaCl, определенная взвешиванием в воде, г;

ρ_s - плотность воды, принимаемая равной 1 г/см³.

2) Определяют потери массы образца (Δm_n), после 5, 10, 15, 20, 25 и 37 циклов ускоренных испытаний (по ГОСТ 10060.0 табл. 3):

$$\Delta m_n = m_0 - m_n, \text{ где}$$

m_n - масса образца, определенная взвешиванием на воздухе, после «n» циклов замораживания-оттаивания.

3) Определяют удельное изменение массы образца ($\Delta m_{уд}$), отнесенное к его первоначальному объему:

$$\Delta m_{уд} = \frac{\Delta m_n}{V}.$$

4) Строят график зависимости удельного изменения массы образца от количества циклов испытаний для основных и контрольных образцов.

5) Определяют количество циклов испытаний для значений $\Delta m_{уд} = 0,07$ г/см³ для основных и контрольных образцов.

6) Определяют удельный коэффициент агрессивности испытуемого ПГМ по формуле:

$$K = \frac{M_2}{M_1}, \text{ где}$$

M_1 - количество циклов испытаний на замораживание-оттаивание для контрольных образцов (испытываемых в NaCl), имеющих среднее удельное изменение массы при $\Delta m_{уд} = 0,07$ г/см³;

M_2 - количество циклов испытаний на замораживание-оттаивание для образцов, испытываемых в растворе ПГМ, имеющих среднее удельное изменение массы при $\Delta m_{уд} = 0,07 \text{ г/см}^3$.

Значение K должно быть больше 1.

3.3. Определение удельной эффективной активности естественных радионуклидов

3.3.1. Испытание проводят на приборе в соответствии с ГОСТ 301108, используя навеску счетного образца 1 дм^3 . При испытании твердых ПГМ предварительно образец просеивают через сито с отверстием 10 мм.

3.3.2. При использовании программно-аппаратурного комплекса «Прогресс» (которым оснащены в основном производственные предприятия) автоматически определяется значение активности гамма-излучающих радионуклидов в счетном образце и расчет погрешности каждого измерения.

3.3.3. Результаты измерений заносятся в протокол, который при необходимости может быть получен на бумажном носителе.

3.3.4. К выполнению измерений допускаются специалисты, прошедшие соответствующее обучение и имеющие специальное удостоверение.

Нормативные ссылки

ГОСТ 24104-2001	Весы лабораторные. Общие технические требования.
ГОСТ 8735-97*	Песок для строительных работ. Методы испытаний.
ГОСТ 9147-80*	Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.
ГОСТ 25336-82*	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.
ГОСТ 10060.2-95	Бетоны. Ускоренные методы определения морозостойкости при многократном замораживании и оттаивании.
ГОСТ 22685-89	Формы для изготовления контрольных образцов бетона. Технические условия.
ГОСТ 10180-90	Бетоны. Методы определения прочности по контрольным образцам.
ГОСТ 7473-94	Смеси бетонные. Технические условия.
ГОСТ 22783-77	Бетоны. Метод ускоренного определения прочности на сжатие.
ГОСТ 18105-86	Бетоны. Правила контроля прочности.
ГОСТ 10060.0-95	Бетоны. Методы определения морозостойкости. Общие требования.
ГОСТ 1770-74*	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.
ГОСТ 6709-72*	Вода дистиллированная. Технические условия.
ГОСТ 6613-86*	Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия.
ГОСТ 28390-89*	Изделия фарфоровые. Технические условия.
ГОСТ 9871-75*	Термометры стеклянные ртутные электроконтактные и терморегуляторы. Технические условия.
ГОСТ 27002-86*	Посуда из коррозионностойкой стали. Общие технические условия.

ГОСТ 13646-68*	Термометры стеклянные ртутные для точных измерений. Технические условия.
ГОСТ 23932-90	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия.
ГОСТ 9.905-82*	ЕСЗКС. Методы коррозионных испытаний. Общие требования.
ГОСТ 2156-76*	Натрий двууглекислый. Технические условия.
ГОСТ 3118-77*	Кислота соляная. Технические условия.
ГОСТ 2768-84*	Ацетон технический. Технические условия.
ГОСТ 9.907-83	ЕСЗКС. Металлы, сплавы, покрытия металлические. Методы удаления продуктов коррозии после коррозионных испытаний.
ГОСТ 4233-77	Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.
ГОСТ 12730.1-78	Бетоны. Метод определения плотности.
ГОСТ 30108-94	Материалы и изделия строительные. Определение удельной эффективной активности естественных радионуклидов.
ГОСТ 18300-87	Спирт этиловый ректификованный технический.