



**НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ**

ГОСТ Р 58426

**—
2025**

**Дороги автомобильные общего пользования
МАТЕРИАЛЫ ПРОТИВОГОЛОЛЕДНЫЕ
Методы испытаний**

Издание официальное

**Москва
Стандартинформ
2025**

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Некоммерческой организацией «Национальная ассоциация зимнего содержания объектов инфраструктуры и транспорта»

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 №

4 ВВЕДЕН ВЗАМЕН ГОСТ Р 58426-2020

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 (www.gost.ru)

© Стандартиформ, оформление, 2025

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 и определения	5
4	Методы испытаний	6
4.1	Общие положения	6
4.2	Объем выборки, отбор и подготовка ПГМ к испытанию	8
4.3	Определение интенсивности запаха, внешнего вида, цвета, формы гранул и однородности ПГМ	19
4.4	Определение массовой доли растворимых солей	28
4.5	Определение плотности ПГРЖ с помощью ареометра	31
4.6	Определение показателя активности ионов водорода (pH)	32
4.7	Определение массовой доли основных действующих веществ в ПГМ	35
4.8	Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка	35
4.9	Определение массовой доли влаги	39
4.10	Определение кристаллизационной воды и примесей	43
4.11	Определение гранулометрического состава ПГМ	43
4.12	Определение массовой доли фрикционной части ПГМ	46
4.13	Определение слеживаемости	48
4.14	Определение статистической прочности гранул	49
4.15	Определение динамической прочности гранул	52
4.16	Определение вязкости	54
4.17	Определение температуры начала кристаллизации	58
4.18	Определение плавящей способности ПГМ	61
4.19	Методика определения эффективной удельной активности естественных радионуклидов	65
4.20	Определение степени коррозионной активности ПГМ	65
4.21	Определение степени агрессивного воздействия ПГМ на цементобетон	71
4.22	Определение теплового баланса	77
4.23	Определение массовой доли пылевидных и глинистых частиц	82
4.24	Определение массовой доли глины в комках	88
4.25	Определение марки по дробимости	90

4.26	Определение пылимости ПГМ	93
4.27	Определение скорости срабатывания ПГР	96
4.28	Методика определения соответствия ПГР типу «Низкотемпературный»	101
5	Порядок оформления результатов испытаний	104
	Приложение А (обязательное) Виды форм гранул противогололедных материалов	106
	Приложение Б (справочное) Оценка неопределенности измерений	107
	Приложение В (справочное) Обеспечение достоверности результатов лабораторной деятельности. Внутрिलाбораторный контроль качества	128
	Библиография	137

**Дороги автомобильные общего пользования
МАТЕРИАЛЫ ПРОТИВОГОЛОЛЕДНЫЕ**

Методы испытаний

Automobile roads of general use.

Deicing materials.

Methods of testing

Дата введения –

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы испытаний противогололедных материалов (далее ПГМ) при проведении контроля показателей поставщиками продукции (предприятием-изготовителем), при приемо-сдаточных, периодических и сертификационных испытаниях, а также при входном контроле потребителями.

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.

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

Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ Р

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 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ Р 58144. Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7473 Смеси бетонные. Технические условия

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

ГОСТ 8030 Иглы для шитья ручную. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые.

Технические условия

ГОСТ 21560.0 Удобрения минеральные. Методы отбора и подготовки проб.

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 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 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 33389 Дороги автомобильные общего пользования. Противогололедные материалы. Методы испытаний

ГОСТ Р

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 Единая система защиты от коррозии и старения. Методы коррозионных испытаний. Общие требования

ГОСТ Р 9.907 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 термogrавиметрическим методом

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ 166 Штангенциркули. Технические условия (с Изменениями N 1, 2)

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: Проба противогололедного материала, выделенная из лабораторной пробы продукта, в представительном и достаточном количестве для проведения отдельных видов испытаний на требуемые показатели качества. Если нет необходимости разделять пробу на части, то из лабораторной пробы сразу формируются мерные пробы.

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

3.1.3 лабораторная проба: Проба противогололедного материала, выделенная из средней пробы 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 в представительном и достаточном количестве для проведения испытаний на все требуемые показатели качества и, при необходимости, формирования контрольной пробы. Если нет задачи формировать контрольную пробу, то из объединенной пробы сразу формируется лабораторная проба.

3.1.8 точечная проба: Количество материала, отобранного одновременно из одной точки партии ПГМ.

3.2 В настоящем стандарте применены следующие сокращения:

ЛПА – лента полиэтиленовая армированная;

ТПЛ – тканевая полиэтиленовая лента;

ПГМ – противогололедные материалы;

ПГР – противогололедные реагенты;

ГОСТ Р

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 ГОСТ Р 58427 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).

Примечание – до 1 июля 2026 года допускается проверка соответствия качества ПГМ требованиям нормативно-технической документации, в том числе при сертификации продукции, при подтверждении соответствия ПГМ требованиям ГОСТ Р 58427 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, прошедшие соответствующий инструктаж, освоившие технику выполнения измерений по методике испытаний настоящего стандарта, и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

4.1.3 Требования к условиям измерений

- температура воздуха – $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление – $(84 - 106)$ кПа;
- относительная влажность воздуха, не более – 80 % или иные условия измерений, указанные в методиках и (или) руководстве по эксплуатации оборудования.

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

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

4.1.5 Проверка приемлемости результатов измерений

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

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

где $r_{\text{отн}}$ – 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

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

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

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

Для $n = 4$ $CR_{0,95} = 3.6 \cdot \sigma_{r_{\text{отн}}}$

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

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

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 $\bar{X} \pm \Delta$, при $P=0,95$, где $\bar{X}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми.

Δ – погрешность результатов измерений, которую рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0.01 \cdot \delta \cdot \bar{X}, \quad (6)$$

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 в виде среднего значения $\bar{X}$ по требованию заказчика.

4.1.5.4 Внутрिलाбораторный контроль качества осуществляется в соответствии с Приложением В.

4.2 Объем выборки, отбор и подготовка ПГМ к испытаниям

Для проверки соответствия требованиям ГОСТ Р 58427 проводят отбор проб ПГМ.

Отбор проб ПГМ необходимо осуществлять в условиях, когда нет осадков, или на специализированных, защищенных площадках.

Отбор проб составляющих фаз ПГРдф осуществляется отдельно: твердая фаза отбирается как ПГРт, жидкая – как ПГРж.

Если в поставку продукции входит несколько партий, то отбор осуществляется

раздельно от каждой партии продукции.

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 приготовление раствора ПГМ.

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 50 кг и менее;
- б) не менее 0,5 % тарных единиц из партии продукции, упакованной в тару, массой от 50 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 50 кг и менее; не менее 0,3 % из партии продукции, упакованной в мешки массой от 50 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).

4.2.2 Отбор проб твердых ПГР

4.2.2.1 Отбор проб продукта, упакованного в мешки массой 50 кг и менее, отбирают мешочным щупом (рисунок 1), например, типа ЩМ-3 или ЩМ-4 с длиной щупа 500 мм и диаметром 25 мм, обеспечивающим сохранность гранулометрического состава при отборе.

Отбор осуществляют в доступных точках мешка. Для отбора точечной пробы щуп вводят по направлению к верхней части мешка желобком вниз, затем поворачивают его на 180° и вынимают. Для отбора последующих точечных проб проводят отбор в средней и нижней части мешка соответственно. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,1 кг.

Количество точечных проб не менее трех. Допускается увеличение количества точечных проб при небольшом объеме партии для формирования объединенной пробы, достаточной для проведения испытаний.

Количество мешков, из которых должны быть отобраны точечные пробы, определяют в зависимости от величины партии по п. 4.2.1.1



Рисунок 1 – Внешний вид мешочного щупа (пример).

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

4.2.2.2 Если продукт упакован в ведерки или иную тару, при которой невозможно провести отбор с применением щупа, то изымают из партии такое количество тары вместе с продуктом, которое соответствует объему выборки (п. 4.2.1.1).

4.2.2.3 Если продукт упакован в тару массой 10 кг и менее, при которой невозможно провести отбор с применением щупа, и объем выборки составил три тарные единицы, то все три единицы доставляются в лабораторию для объединения и квартования (уменьшения) образца на месте.

4.2.2.4 Если объем выборки продукции, которую невозможно отобрать с применением щупа, составил более трех тарных единиц, то отбор точечных проб проводят проверочным способом (способ 2).

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

способ I: пробы отбирают ручным щелевидным пробоотборником (рисунок 2) или аналогичного типа, обеспечивающим сохранность гранулометрического состава, через горловину для загрузки контейнера. Пробы отбирают из пяти точек, погружая пробоотборник на $\frac{3}{4}$ высоты МКР, по направлениям четырех диагоналей к углу упаковки и по его центру сверху вниз.

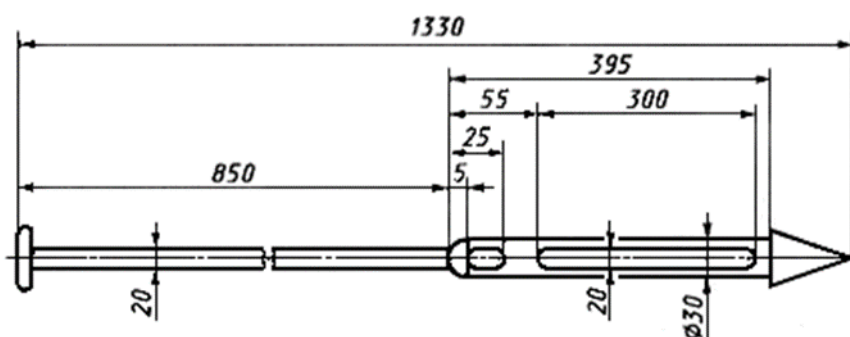


Рисунок 2 – Внешний вид ручного щелевидного пробоотборника.

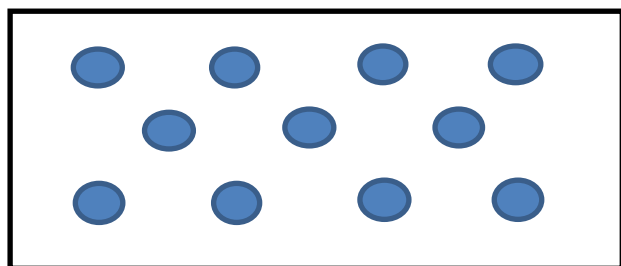
При отборе проб упакованного продукта щелевой пробоотборник не должен наполняться до краев при одноразовом проходе через поток. Ширина щели при этом должна быть не менее чем в 2,5 раза больше максимальной величины гранул.

Количество тарных единиц, из которых должны быть отобраны точечные пробы, определяют в зависимости от величины партии по п. 4.2.1.1

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;

способ 2: 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.



● - точка отбора

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, отобранные точечные пробы ссыпают в плотный герметичный полиэтиленовый пакет или ведро с герметичной крышкой и получают объединенную пробу.

4.2.2.6 Отобранные точечные пробы твердого ПГМ от одной партии продукции объединяют в таре, обеспечивающей сохранность качества продукта. В качестве такой тары используют плотный герметичный полиэтиленовый пакет типа «гриппер» или ведро с герметичной крышкой и получают объединенную пробу.

Объединенную пробу тщательно перемешивают.

4.2.2.7 Масса точечной пробы зависит от типа пробоотборного устройства и схемы отбора, но при этом масса объединенной пробы должна быть достаточной для проведения заявленных заказчиком испытаний. Масса объединенного образца для приемо-сдаточных испытаний составляет не менее 3 кг, для приемо-сдаточных и периодических испытаний не менее 10 кг.

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, бутылки 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).

4.2.4 Отбор проб ПГРж

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

- а) зонд бутылочный для отбора проб ПГРж – для отбора жидких проб из тары, где толщина слоя жидкости свыше 1,5 м (рисунок 4).

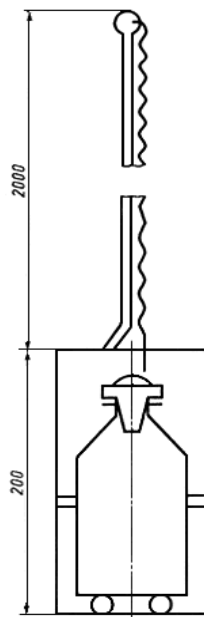


Рисунок 4 – Зонд бутылочный для отбора проб ПГРж

Отбор пробы осуществляется по всей высоте слоя жидкости.

б) ковш для отбора проб из тары объемом до 50 дм³. Образец ковша приведен на рисунке 5.

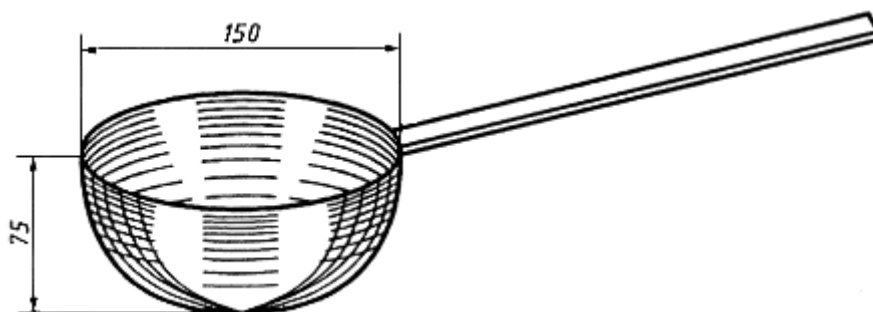


Рисунок 5 – Ковш для отбора ПГРж

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 см³. 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 раз больше суммы объемов аналитических проб, как правило, этот объем не менее 1 дм³.

Аналитические пробы отбирают непосредственно из сборника в отдельные склянки. Требуемый объем пробы для проведения испытаний зафиксирован в каждом методе испытаний.

4.2.5 Подготовка проб твердых ПГР

4.2.5.1 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.

4.2.5.2 Для доставленного в лабораторию образца в тарных единицах, не позволяющих осуществить квартование всех тарных единиц одновременно, производят ручное квартование.

При ручном квартовании образец из всех тарных единиц насыпают на сухую и чистую поверхность пленки, размером примерно 1,5 х 1,5 м и тщательно перемешивают, поднимая поочередно углы пленки. Образовавшийся в центре пленки конус из продукции разравнивают по поверхности пленки равномерным слоем при помощи длинного шпателя, линейки или иного аналогичного подручного средства. Процедуру перемешивания повторяют три раза.

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 образца для проведения испытаний.

Ручное квартование производят также в случае, если в методике измерения не допускается осуществлять механическое квартование.

4.2.5.3 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 тех испытаний, в которых анализ продукта проводится в его естественном состоянии.

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.

Приготовление растворов для определения интенсивности запаха, показателя активности ионов водорода, динамической вязкости, температуры начала кристаллизации, коррозионной активности твердых противогололедных реагентов, агрессивного воздействия на цементобетон допускается как из аналитической пробы (1) так и аналитической пробы (2).

4.2.5.4 Схема отбора и пробоподготовки твердого ПГМ приводится ниже (рисунок 6):

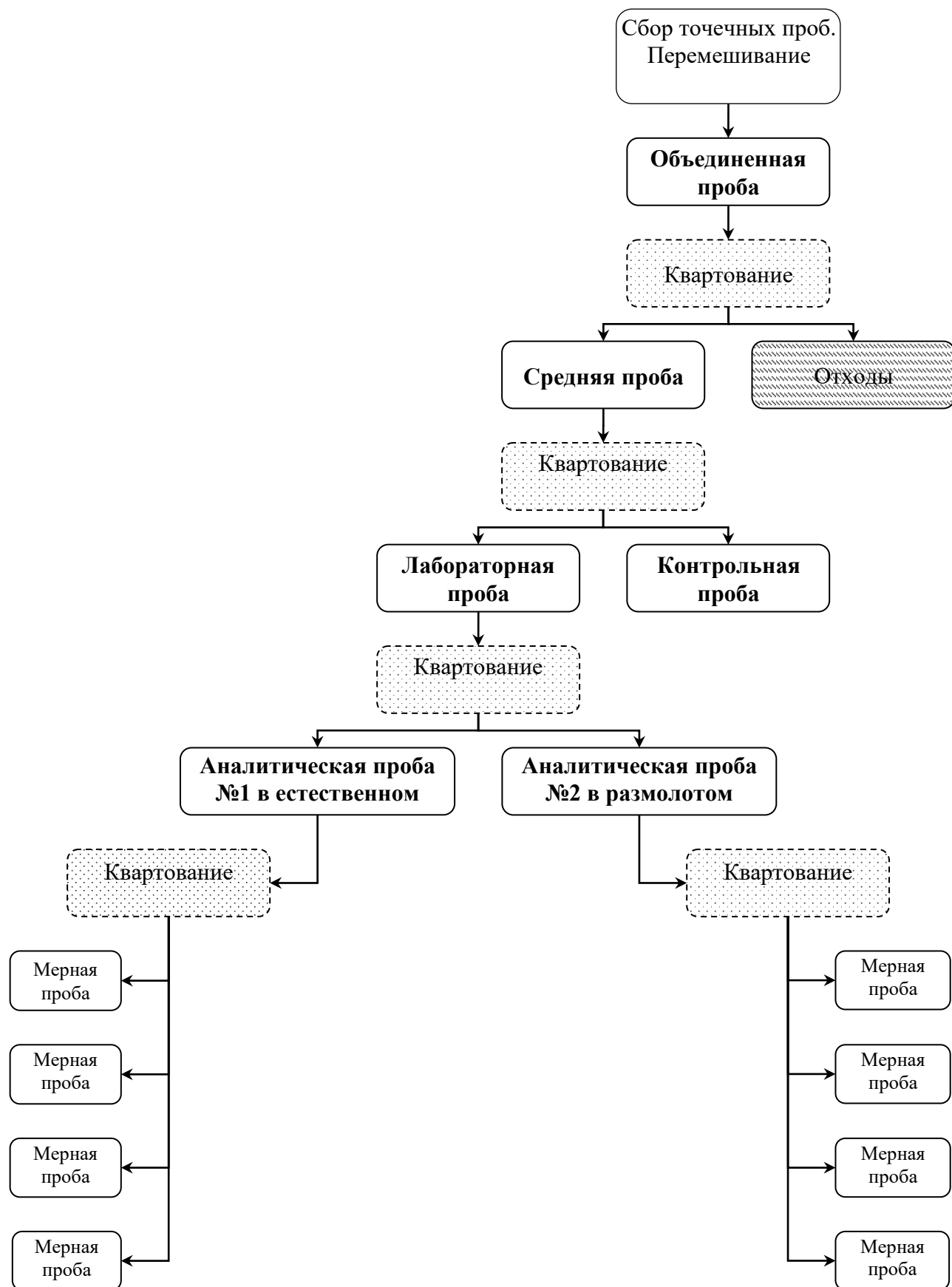


Рисунок 6 – Схема отбора и пробоподготовки твердого ПГМ

4.2.6 Пробоподготовка ПГРж

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

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

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

4.2.7.2 Особенности подготовки пробы перед проведением испытаний ПГРдф.

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

Например, 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 ($m_{\text{тв.ф.}}$), г, и жидкой ($m_{\text{ж.ф.}}$), г, фаз проводят по формулам

$$m_{\text{тв.ф.}} = \frac{m \cdot k}{100}, \quad (7)$$

$$m_{\text{ж.ф.}} = m - m_{\text{тв.ф.}}, \quad (8)$$

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

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

Расчет объема жидкой фазы ($V_{\text{ж.ф.}}$), см³, проводят по формуле

$$V_{\text{ж.ф.}} = \frac{m_{\text{ж.ф.}}}{\rho_{\text{ж.ф.}}}, \quad (9)$$

где $\rho_{\text{ж.ф.}}$ – плотность жидкой фазы, г/см³.

Плотность жидкой фазы определяют по п. 4.5.

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) см³.

Если по методике испытания требуется приготовление водного раствора

ГОСТ Р

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}), см³ для приготовления раствора с заданной массовой долей проводят по формуле

$$V_{H_2O} = \frac{(m_{т.ф.} + m_{со ж.ф.}) \cdot 100}{C \cdot \rho_{H_2O}} - m, \quad (10)$$

$$m_{со ж.ф.} = \frac{m_{ж.ф.} \cdot M_{со}}{100}, \quad (11)$$

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/см³ (пренебрегая влиянием температуры окружающего воздуха);

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

4.2.7.3 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, поэтому для определения максимальной агрессии при определении коррозионной активности на металл, агрессивного воздействия на цементобетон, при взятии массы навески производят перерасчет на основное действующее вещество (химическую часть КМ).

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

Расчет массы навески КМ при приготовлении растворов в пересчете на основное вещество выполняют по формуле

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

$$m_{воды} = 100 - N, \quad (13)$$

где m_{KM} – масса навески КМ, необходимая для приготовления 100 г раствора, г;

X – массовая доля (химической части) в КМ, %;

M – требуемая масса навески по методике, г;

N – требуемая концентрация для приготовления раствора, %;

$m_{\text{воды}}$ – 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 (химической части) в КМ составляет 52 % по массе, находят массу навески КМ и массу воды для приготовления 100 г раствора

$$m_{\text{КМ}} = \frac{10 \cdot 100}{52} = 19,2 \text{ г}, \quad (14)$$

$$m_{\text{воды}} = 100 - 10 = 90 \text{ г} \quad (15)$$

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

При определении однородности КМ, во избежание большой погрешности метода, производят перерасчет на действующее вещество (химическую часть) фракции ПГМ на каждом сите.

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

4.2.8 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей, проводят повторные испытания по всем показателям из удвоенного объема выборки, отобранных от той же партии проверочным способом отбора проб.

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 визуальную 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

Органолептическая оценка выполняется прямым методом распознавания запахов по воспринимаемому ощущению.

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.

Для оценки интенсивности запаха пользуются системой баллов.

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

При проведении испытаний используются:

- весы неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d = 0,01$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e = 0,1$ г по ГОСТ OIML R 76-1.
- цилиндры мерные 1-100-2 по ГОСТ 1770;
- колба коническая Кн-1-100-14/23 ТХС(ХС) по ГОСТ 25336;
- дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной;
- мельница лабораторная любого типа для твердых объектов или ступка с пестиком ГОСТ 9147;
- дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144.

4.3.1.3 Требование 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.

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

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

Испытатели 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.

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

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

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

4.3.1.4 Требование к помещению, химической посуде

Помещение для определения органолептических показателей должно иметь освещение не менее 300Лк, 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 с точностью 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 20 г. Для приготовления раствора из ПГРт и КМ допускается брать мерную пробу как из аналитической пробы продукта в естественном состоянии. Пробу ПГМ берут с естественной влажностью. Берут навеску ПГРт или КМ массой $(20 \pm 0,1)$ г, массу навески фиксируют до второго десятичного знака. Навеску ПГМ переносят в стеклянную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 80 см³ дистиллированной воды, отмеренной с помощью мерного цилиндра вместимостью 100 см³. Колбу закрывают притертой пробкой.

б) Приготовление водного раствора с массовой долей 20% из ПГРдф осуществляют аналогично п. 4.3.1.5. Расчет твердой и жидкой фазы ПГРдф проводят по п. 4.2.8.2. Навеску ПГМ переносят в стеклянную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 80 см³ дистиллированной воды, отмеренной с помощью мерного цилиндра вместимостью 100 см³. Колбу закрывают притертой пробкой.

в) Подготовка проб ПГРж. Объем мерной пробы ПГРж должен быть не менее 100 см³. Интенсивность запаха ПГРж определяют в нативном состоянии. Пробу переносят в стеклянную колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³.

г) Подготовка проб ФМ. Масса мерной пробы ФМ должна быть не менее 50 г.

4.3.1.6 Выполнение испытаний

Пробы помещают в чистую стеклянную колбу, закрывают притертой пробкой, заполняют объем колбы примерно на $\frac{3}{4}$, закрывают пробкой и выдерживают при комнатной температуре в течение 1 ч.

Перед определением запаха содержимое колбы несколько раз тщательно перемешивают, после чего колбу открывают и определяют интенсивность запаха.

ГОСТ Р

Интенсивность запаха анализируемой пробы определяют на уровне края емкости сразу же после открывания пробки.

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 3 – Интенсивность запаха

Характеристика интенсивности запаха	Описание проявлений запаха	Оценка интенсивности запаха, балл
Отсутствие запаха	Отсутствие ощутимого запаха	0
Очень слабая 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, вызывает неприятные ощущения 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, ПГРдф, КМ и ФМ, и определение внешнего вида и цвета ПГРж,

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 используются:

- весы неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d = 0,01$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e = 0,1$ г по ГОСТ OIML R 76-1.
- кнопочный распылитель для медицинских препаратов;
- бумага фильтровальная ГОСТ 12026;
- стакан В-1-250 ТС по ГОСТ 25336.

4.3.2.2 Выполнение испытаний

Для определения внешнего вида, цвета и формы гранул ПГРт, КМ и ФМ 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).

Для определения внешнего вида, цвета и формы гранул ПГРДФ готовят около 300 г образца, для чего рассчитывают нужное количество твердой фазы по п.4.2.8.2 и рассыпают ее так, как описано выше для ПГРт, КМ и ФМ. Визуально определяют форму гранул, виды форм гранул определяют по таблице А.1 (приложение А). Затем при помощи кнопочного распылителя для медицинских препаратов наносят навеску жидкой фазы, предварительно рассчитанную по п.4.2.8.2, непосредственно на навеску твердой фазы и визуально определяют внешний вид и цвет ПГРДФ.

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

4.3.3 Определение однородности состава твердых ПГМ

Настоящая методика устанавливает способ определения однородности ПГРт, твердой фазы ПГРДФ.

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, твердой фазе ПГРДФ, и в химической части КМ по всем химическим веществам по всем фракциям, заявленным поставщиком и/или производителем и расчете отклонения от среднего значения содержащихся компонентов с последующим сравнением полученных результатов с приведенным в таблице 3.

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

При проведении испытаний используются:

- весы неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d = 0,01$ г и ценой поверочного деления (предельно

ГОСТ Р

допустимой погрешностью) $e = 0,1$ г по ГОСТ OIML R 76-1;

- влагомер электронный с диапазоном измерений от 0,05 % до 99,95 %, с диапазоном устанавливаемых температур сушки от 40 °C; до 150 °C;
- сушильный шкаф, обеспечивающий диапазон температур от 50 °C до 250 °C с погрешностью регулирования температуры ± 5 °C;
- водяная баня с температурой нагрева до 100 °C;
- вибро-привод 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;
- колба мерная 1-500-2 или 1-1000-2 или 1-2000-2 по ГОСТ 1770;
- стакан В-1-400 ТС по ГОСТ 25336;
- кисть мягкая малярная № 18, 20;
- противни металлические или чашки фарфоровые 5 (6,7,8) по ГОСТ 9147;
- фильтры бумажные беззольные «синяя лента» или «белая лента» по ГОСТ 12026;
- 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 п. 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 не выше (100-105) °C, но не выше температуры разложения составляющих компонентов ПГМ. Например, при входящем в состав ПГМ хлориде магния или карбамиде рекомендуемая температура сушки не выше (65 – 70) °C.

4.3.3.4 Выполнение визуального контроля при определении однородности

Однородность твердого ПГМ по цвету и форме гранул определяют визуально по 4.3.2. Визуальный контроль однородности составов ПГМ проводят для ПГРт и твердой фазы ПГРдф.

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 отдельно и определение массовой доли компонентов из всей массы всех фракций 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 см³ и растворяют в 300 см³ дистиллированной воды, нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 минут. Содержимое стакана охлаждают до комнатной температуры и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ при массе навески до 50 г, или в мерную колбу вместимостью 1000 см³ при массе навески до 100 г, или в мерную колбу вместимостью 2000 см³ 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 производится без учета фрикционной части по формуле

$$C_i = \frac{C_{\text{КМ}} \cdot 100}{100 - X_{\text{фч}}} \quad (16)$$

где i – номер фракции;

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

$X_{\text{фч}}$ – массовая доля фрикционной части в i -той фракции (по 4.12), %.

Определение массовой доли ФМ проводят по п. 4.12 с каждого сита отдельно.

Примечание – при определении однородности берется столько КМ, сколько его фактически получилось на сите, отмывка фрикционной части от химической производится с каждого сита отдельно.

Таблица 4 – 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_{cp}	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 испытаний

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

Расчет отклонения (X_i), % отн, выполняют по формуле

$$X_i = \frac{C_{\max} - C_{\min}}{C_{cp}} \cdot 100, \quad (17)$$

где i – номер фракции;

$C_{\min}$ – минимальное значение массовой доли компонента в i -той фракции, %;

$C_{\max}$ – максимальное значение массовой доли компонента в i -той фракции, %;

C_{cp} – среднее значение массовой доли компонента во всех 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 6 не превышает допустимое относительное отклонение (X), приведенное в таблице 5.

ПГМ признается не однородным, 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 5 – 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 6 и таблице 7.

Таблица 6 – Испытания многокомпонентного ПГР-1 (с примером № 1)

Компонент	Фракции ПГР, мм			Среднее значение, % масс.	Фактическое отклонение, % отн.
	C_1	C_2	C_3	C_{cp}	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 7 – Испытания многокомпонентного ПГР-2 (с примером № 2)

Компонент	Фракции ПГР, мм			Среднее значение, % масс.	Фактическое отклонение, % отн.
	C_1	C_2	C_3	C_{cp}	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.

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

По факту проведения визуального и химического контроля оформляется

ГОСТ Р
результат испытаний.

В случае положительного прохождения визуального и химического контроля ПГМ признается однородным.

В случае отрицательного прохождения визуального или химического контроля ПГМ признается неоднородным.

4.4 Определение массовой доли растворимых солей

4.4.1 Сущность метода

Массовую долю растворимых солей в пробах жидких ПГМ определяют по сухому остатку гравиметрическим методом в диапазоне от 5,0 % до 40,0 %. Сухой остаток - это содержание нелетучих растворенных, главным образом минеральных и частично органических веществ, определяемых путем выпаривания пробы. Сухой остаток характеризует содержание растворимых солей в пробах жидкого ПГМ.

Метод измерений основан на определении массовой доли растворимых солей по убыли массы пробы после высушивания до постоянной массы остатка, полученного после выпаривания пробы жидкого ПГМ.

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

Весы электронные аналитические по ГОСТ OIML R 76-1–2011 с наибольшим пределом взвешивания 220 г, дискретностью (ценой деления) $d=0,0001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e=0,001$ г.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий температуру нагрева от 50 °С до 250 °С, с погрешностью регулирования температуры ± 5 °С.

Баня водяная с температурой нагрева до 100 °С.

Система пробоотборная ПЭ-1110 по ГОСТ 9980.2.

Эксикатор 1-190 по ГОСТ 25336.

Чашки ЧВП-1-50; ЧВП-2-50 по ГОСТ 25336 или иные емкости.

Фильтры беззольные «белая лента» по ТУ 6-09-1678.

Щипцы.

Бутыли из стекла или полиэтилена с притертыми или винтовыми пробками вместимостью 500 -1000 см³ для отбора и хранения проб.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

Силикагель технический по ГОСТ 3956 или силикагель индикаторный по ГОСТ 8984.

Активный оксид алюминия по ГОСТ 8136.

Вода дистиллированная по ГОСТ 58144.

П р и м е ч а н и е - Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками, не хуже приведенных в данном разделе.

4.4.3 Порядок подготовки к выполнению измерений

На дно эксикатора (не выше плечиков) насыпают любой осушитель по п.4.4.2. Кальций хлористый технический и активный оксид алюминия насыпают в соотношении 1:1. Замену осушителя производят 1 раз в 3 месяца.

По две выпарные чашки для анализа перед взвешиванием маркируют и помещают в сушильный шкаф, выдерживают при температуре $(150 \pm 5) ^\circ\text{C}$ в течение 30 минут. После охлаждения в эксикаторе в течение 30 мин, каждую чашку взвешивают, результат взвешивания фиксируют до четвертого десятичного знака.

Включают сушильный шкаф согласно инструкции по эксплуатации и устанавливают рабочий режим сушки ПГМ $(150 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

4.4.4 Выполнение измерений

Пробу жидкого ПГМ, приблизительно 10 г, помещают в выпарную чашку, подготовленную по п.8.3, и взвешивают на аналитических весах. Результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака. Затем чашку с пробой помещают на водяную баню и выпаривают на кипящей водяной бане до появления сухого остатка.

По окончании выпаривания дно чашек обтирают фильтровальной бумагой, помещают в предварительно нагретый сушильный шкаф и высушивают до постоянной массы при температуре $(150 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

Первое взвешивание проводят, выдержав в сушильном шкафу чашку с сухим остатком в течение не менее шести часов, после чего чашку охлаждают в эксикаторе в течение 1 ч и взвешивают. Результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака.

Каждое последующее взвешивание проводят после высушивания в шкафу в течение 1 часа и охлаждения в эксикаторе 1 час.

Постоянную массу считают достигнутой, если разница между двумя последующими взвешиваниям не превышает 0,0005 г.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

4.4.5 Обработка результатов измерений

4.4.5.1 Массовую долю растворимых солей (сухого остатка) $M_{p.c.}, \%$, в анализируемой пробе вычисляют по формуле:

$$M_{p.c.} = \frac{(M_2 - M_0) \cdot 100}{(M_1 - M_0)}, \quad (18)$$

где

M_1 – масса чашки с навеской пробы жидкого ПГМ, г;

M_2 – масса чашки с сухим остатком после высушивания, г;

M_0 – масса пустой чашки, г;

100 – коэффициент пересчета в проценты.

4.4.5.2 За окончательный результат измерений показателя массовой доли растворимых солей принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости (см. п.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 массовой доли растворимых солей

Диапазон измерения массовой доли растворимых солей, %	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P=0,95$), $\pm\delta$, %	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 двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при $P=0,95$), $r_{\text{отн}}$, %
От 5,0 до 20,0 включ.	15	5	7	14
Св. 20,0 до 40,0 включ.	8	2,5	4	7

4.4.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по п. 4.1.5.3.

Определение массовой доли отдельных растворимых соединений определяют по методикам, аттестованным в установленном порядке в соответствии с ГОСТ Р 8.563 и ГОСТ Р ИСО 5725-6.

4.5 Определение плотности ПГРж с помощью ареометра

4.5.1 Сущность метода

Методика распространяется на жидкие ПГМ и устанавливает метод определения плотности с помощью ареометра.

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

Ареометры по ГОСТ 18481 общего назначения с ценой деления 1 кг/м^3 ($0,001 \text{ г/см}^3$). Допускается применять аналогичные ареометры, отградуированные по нижнему мениску.

Термометр для измерения температуры от 0 до 50°C с ценой деления $0,1^\circ\text{C}$.

Термостат поддерживающий температуру жидкости $(20 \pm 0,1)^\circ\text{C}$.

Цилиндр стеклянный для ареометров по ГОСТ 18481 из бесцветного стекла, с внутренним диаметром больше диаметра ареометра не менее, чем на 25 мм.

4.5.3 Порядок подготовки к выполнению измерений

Вся посуда для проведения испытаний должна быть чистой и сухой.

4.5.4 Выполнение измерений

Исследуемый ПГРж помещают в чистый сухой цилиндр так, чтобы уровень жидкости не доходил до его верхнего края на 3 - 4 см. Цилиндр с жидкостью помещают в термостат с температурой $(20 \pm 0,1)^\circ\text{C}$.

Для достижения заданной температуры цилиндры с исследуемым ПГРж выдерживают в термостате около 30 минут. Когда температура жидкости установится $(20 \pm 0,1)^\circ\text{C}$, цилиндр вынимают из термостата и устанавливают на ровной поверхности.

Перед определением плотности измеряют температуру испытуемого ПГРж. В цилиндр осторожно опускают чистый и сухой ареометр, с необходимой шкалой плотности для жидких ПГМ.

Ареометр не выпускают из рук до тех пор, пока он не станет плавать, не касаясь стенок и дна цилиндра.

Когда прекратятся колебания ареометра, отсчитывают его показания по нижнему краю мениска. При отсчете глаз должен находиться на уровне соответствующего края мениска.

После определения плотности снова измеряют температуру испытуемого жидкого ПГМ.

Если разность температур, измеренных до проведения испытания, и после него, превышает 0,3 °С, необходимо повторять испытание до тех пор, пока температура жидкости не установится.

4.5.5 Обработка результатов измерений

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 1 кг/м³ (0,001 г/см³) для ареометров с ценой деления 1 кг/м³ (0,001 г/см³).

4.5.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по п. 4.1.5.3.

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

Метод определения величины pH основан на определении концентрации иона водорода, которую находят путем измерения 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 неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d = 0,01$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e = 0,1$ 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 $\pm 0,05$ pH, с ценой деления шкалы не более 0,05 pH;
- электрод стеклянный ЭС-10603/7 по ГОСТ 22261;
- электрод сравнения ЭСр-10103-3,5 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 $\pm 0,03$ pH при 25 °С по ГОСТ 8.135;

- дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной;
- делитель проб (квартователь), обеспечивающий равномерность разделения пробы по массе;
- мельница лабораторная любого типа для твердых объектов или ступка с пестиком ГОСТ 9147;
- мешалка магнитная;
- стакан полипропиленовый емкостью 100 см³;
- стакан емкостью 400 см³ 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;
- палочка стеклянная;
- дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144.

4.6.3 Порядок подготовки к выполнению измерений

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

4.6.3.1 Подготовка посуды

Вся посуда для проведения испытаний должна быть чистой и сухой.

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

Подготовку электродов осуществляют в соответствии с паспортом на электроды.

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

4.6.3.5 Подготовка проб

Для определения показателя активности ионов водорода (рН) 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 п.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 400 см³ 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 берут в нативном состоянии. Объем мерной пробы должен быть не менее 200 см³.

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 см³ раствора, приготовленного по 4.6.3.5 в цилиндр вместимостью 100 см³ и переносят в стакан вместимостью 100 см³, 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 (рН) измеряют согласно прилагаемому к иономеру руководству по эксплуатации. После того, как показания прибора примут установившееся значение, снимают показания величины рН по шкале прибора при температуре (20±5) С.

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 (рН) принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости (см. п.4.1.5): абсолютное 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 показателя активности

ионов водорода (рН)

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

4.6.6 Оформление результатов испытаний.

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

4.7 Определение массовой доли основных действующих веществ в ПГМ

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

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

4.7.2 Массовой долей основных действующих веществ в ПГМ является сумма всех основных химических (действующих) компонентов в составе ПГМ, массовая доля которых составляет 5% и более, которая определяется по формуле:

$$\sum_{i=1}^n X_i = X_1 + X_2 + \dots + X_n \quad (19)$$

где X_i – массовая доля основных действующих веществ, %

X – химические вещества, входящие в состав ПГМ (указанные Заказчиком), но не менее 5 %

Фрикционный материал и вода не относится к основным действующим веществам.

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 с последующим фильтрованием полученного раствора, высушиванием и взвешиванием нерастворимого остатка.

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

При проведении испытаний используются:

- весы неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d=0,0001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e=0,001$ 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;
- 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;
- колба мерная 1-100-2 по ГОСТ 1770;
- цилиндры 1–10–2, 1-25-2, 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;
- 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 см³, 500 см³;
- палочка стеклянная;
- кальций хлористый технический по ГОСТ 450;
- кислота азотная, ч.д.а., по ГОСТ 4461;
- серебро азотнокислородное, ч.д.а., по ГОСТ 1277;
- дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144;

– фильтры бумажные беззольные «синяя лента» или «белая лента».

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.

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 см³, содержащую 20 см³ дистиллированной воды, отмеренной цилиндром вместимостью 25 см³. Затем в эту же колбу цилиндром вместимостью 10 см³ отмеряют 10 см³ 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 30г.

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 см³ и добавляют около 200 см³ 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

ГОСТ Р

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 250 г.

ПГРж и жидкую фазу ПГРдф для испытаний берут в нативном состоянии (без разбавления) массой (100-110) г.

4.8.4 Выполнение измерений

Бумажный фильтр, предварительно подготовленный по п.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 п.4.8.3.4, в коническую колбу вместимостью 500 см³. По окончании фильтрования дают раствору 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 п.4.8.3.2). Общий объем промывных вод должен составлять не менее 350 см³.

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (20)$$

где m_1 – масса стаканчика для взвешивания с фильтром и не растворимым 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. п.4.1.5), относительное расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 10.

Таблица 10 – 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), $\sigma_{r, \text{отн}}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R, \text{отн}}$, %	Относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при $P=0,95$), $r_{\text{отн}}$, %
От 0,10 до 2,50 включ.	30	8	15	21

4.8.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по п.4.1.5.3.

4.9 Определение массовой доли влаги

Настоящая методика устанавливает определение массовой доли влаги для ПГРт, твердой фазы ПГРдф, ФМ и КМ.

4.9.1 Сущность метода

Метод заключается в вычислении массовой доли влаги на основе разности между массой взвешенной пробы образца до и после его высушивания при температуре:

- для ФМ (105-110) °С,

- для ПГРт, твердой фазы ПГРдф и КМ (100-105) °С, но не выше температуры разложения составляющих компонентов образцов. Например, при входящем в состав образцов хлориде магния или карбамиде рекомендуемая температура сушки устанавливается (65 – 70) °С.

ГОСТ Р

Высушивание образца осуществляется в сушильном шкафу.

Допускается определение массовой доли влаги термобариметрическим методом с использованием анализатора влажности, например, влагомера электронного МА35.

4.9.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы и материалы

4.9.2.1 Весы лабораторные с максимальной нагрузкой 220 г с дискретностью (ценой деления) $d=0,0001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e=0,001$ г по ГОСТ OIML R 76-1;

4.9.2.2 Влагомер электронный с диапазоном измерений от 0,05 % до 99,95 % и с диапазоном устанавливаемых температур сушки от 40 °С до 150 °С.

4.9.2.3 Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий температуру нагрева от 50°С до 250°С, погрешностью регулирования температуры $\pm 5^{\circ}\text{C}$.

4.9.2.4 Стаканчик СН-45/13 по ГОСТ 25336.

4.9.2.5 Эксикатор 1-190 по ГОСТ 25336.

4.9.2.6 Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

4.9.2.7 Оксид алюминия активный по ГОСТ 8136.

4.9.2.8 Силикагель технический по ГОСТ 3956 или силикагель индикаторный по ГОСТ 8984.

4.9.3 Подготовка к выполнению измерений

4.9.3.1 Подготовка эксикатора

На дно эксикатора (не выше плечиков) насыпают любой осушитель по п.4.9.2.7-4.9.2.9.

Подготовка кальция хлористого технического.

Кальций хлористый обезвоживают в сушильном шкафу при температуре (70 - 80) °С в течение 1 часа, постепенно увеличивая температуру до 290 °С и продолжают высушивание в течение 2 часов. Охлаждают и заполняют эксикатор.

Подготовка силикагеля технического.

В процессе поглощения влаги силикагель постепенно теряет свои свойства. При этом разрушения самого вещества не происходит, что позволяет использовать его повторно. Регенерацию проводят в сушильном шкафу при температуре (150-170) °С, продолжительность обработки – от 3 до 4 часов. Охлаждают и заполняют эксикатор.

4.9.3.2 Подготовка стаканчиков для взвешивания

Стаканчики для взвешивания с крышками помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре от 140°С до 150°С в течение 30 мин. После

охлаждения в течение 30 мин в эксикаторе, заполненном сорбентом, каждый стаканчик взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака после запятой.

4.9.4 Порядок выполнения измерений

4.9.4.1 Порядок выполнения измерений в сушильном шкафу

Приблизительно 10 г образца помещают в стаканчик, подготовленный согласно п.4.9.3.2, и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака после запятой. Затем стаканчик с пробой и открытой крышкой помещают в сушильный шкаф.

Анализируемую пробу высушивают при температуре по п.4.9.1, после чего стаканчик вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе, заполненном абсорбентом, до температуры окружающей среды не менее 30 мин, взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака после запятой.

Каждое последующее взвешивание проводят после высушивания в шкафу в течение 60 мин и охлаждения 30 мин в эксикаторе.

Постоянную массу считают достигнутой, если разница между двумя последующими взвешиваниям не превышает 0,0005 г.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

4.9.4.1 Порядок выполнения измерений

4.9.5 Обработка результатов измерений, выполненных в сушильном шкафу

Массовую долю влаги (X_{H_2O}), %, вычисляют по формуле

$$X_{H_2O} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (21)$$

где m_1 - масса стаканчика с навеской образца до высушивания, г;

m_2 - масса стаканчика с навеской образца после высушивания, г;

100 - коэффициент пересчета в проценты;

m - масса навески образца, г.

Вычисления проводят с точностью до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

За результат измерения массовой доли влаги принимают среднеарифметическое значение результатов двух единичных измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по п.4.1.5: относительное расхождение между результатами двух параллельных определений при высушивании в сушильном шкафу не превышает предела

Таблица 11 – Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения влаги в сушильном шкафу

Диапазон измерений массовой доли влаги, %	Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm\delta$, % при $P=0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_R , %	Предел повторяемости, r , %, $P=0,95$, $n=2$
От 0,07 до 0,10 включ.	36	12	18	33
Св. 0,10 до 1,0 включ.	22	7	11	19
Св. 1,0 до 5,0 включ.	12	4	6	11

За результат измерения массовой доли влаги принимают среднеарифметическое значение результатов двух единичных измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по п.4.1.5: относительное расхождение между результатами двух параллельных определений при высушивании в анализаторе влажности не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 12:

Таблица 12 – Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения влаги на анализаторе

Диапазон измерений массовой доли влаги, %	Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm\delta$, % при $P=0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_R , %	Предел повторяемости, r , %, $P=0,95$, $n=2$
От 0,20 до 0,5 включ.	25	7	12	19
Св. 0,50 до 1,0 включ.	12	4	6	11
Св. 1,00 до 10,0 включ.	6	2	3	5,5

4.9.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по п.4.1.5.3.

4.10 Определение кристаллизационной воды и примесей

Кристаллизационная вода и примеси в ПГР_т, твердой фазе ПГР_{дф} определяется расчетным методом по разности 100% и суммы определяемых компонентов, входящих в состав ПГМ (п.4.7.1), включая нерастворимый остаток (п.4.8.) и влагу (п.4.9.) по формуле 22:

$$100 - (V_1 + V_2 + V_3 \dots + V_n), \text{ где} \quad (22)$$

100 % - суммарное содержание всех входящих веществ

V – химические компоненты входящие в состав ПГР, в том числе влага и нерастворимый остаток.

4.11 Определение гранулометрического состава ПГМ

Настоящая методика устанавливает определение гранулометрического состава ПГР_т, КМ, ФМ и твердой фазы ПГР_{дф}.

4.11.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в рассеивании 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 неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d=0,0001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e=0,001$ г по ГОСТ OIML R 76-1;
- влагомер с диапазоном измерений от 0,05% до 99,95%, пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,05\%$ с диапазоном устанавливаемых температур сушки от 40 °С; до 150 °С;
- сушильный шкаф, обеспечивающий диапазон температур от 50 °С до 250 °С с погрешностью регулирования температуры ± 5 °С;
- вибропривод для рассеивания фракций;
- наборы сит с крышкой и поддоном, сита с квадратными отверстиями ячеек с просеивающей поверхностью из перфорированного листа или сита с типом ситовой поверхности по ГОСТ Р 51568;

Размер ячеек сит подбирается в зависимости от требований нормативной документации на продукт;

- 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 п. 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. Для хлорида натрия и кальция температура сушки не выше 150 °С, для формиата натрия, и карбоната кальция - не выше 105 °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

$$X = \frac{\pi D^2 \sqrt{d}}{400}, \quad (23)$$

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 уменьшился не более чем на 1 %. Продолжительность работы для

применяемого прибора устанавливают опытным путем. Просеивание считается законченным, если при этом не наблюдается падения частиц ПГМ.

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 отсева 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 п.4.11.4.1, после определения массовой доли фрикционной части КМ по п.4.12.

4.11.5 Обработка результатов измерений

4.11.5.1 Массовую долю гранулометрического состава каждой фракции (X_{ϕ}), %, в ПГМ вычисляют по формуле

$$X_{\phi} = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (24)$$

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 п.4.1.5: относительное расхождение между результатами двух 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 гранулометрического состава

Диапазон измерения массовой доли	Границы относительной	Относительное среднеквадратическое	Относительное среднеквадратическое	Относительное значение допускаемого
----------------------------------	-----------------------	------------------------------------	------------------------------------	-------------------------------------

гранулометрического состава, %	погрешности (показатель точности при $P=0,95$) $\pm\delta$, %	отклонение повторяемости (показатель повторяемости) $\sigma_{г, \text{отн}}$, %	отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости) $\sigma_{R, \text{отн}}$, %	расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при $P=0,95$), $r_{\text{отн}}$, %
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 п.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 неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d=0,0001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e=0,001$ г по ГОСТ OIML R 76-1;
- сушильный шкаф, обеспечивающий диапазон температур от 50°C до 250°C с погрешностью регулирования температуры $\pm 5^\circ\text{C}$;
- стакан химический вместимостью не менее 1000 мл;
- 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. Для этого берут навеску ПГМ, не подверженную предварительному рассеиванию, либо объединяют все фракции КМ с сит. Пробу ПГМ массой не менее 300 г, взвешивают на весах, записывают результат взвешивания до второго десятичного знака, высыпают в стакан заливают теплой водой, перемешивают 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 промывки пробу из стакана 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, затем высушивают в сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ в течение двух часов и охлаждают в течение 1 часа. 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 часа и охлаждения в течение 1 часа. 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 ($X_{\text{фч}}$), %, в КМ вычисляют по формуле

$$X_{\text{фч}} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (25)$$

где m_1 – чашки выпарительной с фильтром и фрикционной частью, г;

m_2 – масса 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 п.4.1.5: относительное расхождение между результатами двух параллельных

ГОСТ Р

определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 14.

Таблица 14 – 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), $\sigma_{r, \text{отн}}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R, \text{отн}}$, %	Относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при $P=0,95$), $r_{\text{отн}}$, %
От 5,0 до 95 включ.	20	5	10	14

4.12.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по п.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 неавтоматического действия высокого II класса точности с ценой поверочного деления $e = 0,1$ г по ГОСТ OIML R 76-1;
- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026;
- шпатель.

4.13.3 Подготовка к выполнению испытаний

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 месяца 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 месяца 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 (500x500) 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 (комков) 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 гранул

Настоящая методика устанавливает определение статической прочности гранул для ПГРт и твердой фазы ПГРДФ.

4.14.1 Сущность метода

ГОСТ Р

Метод основан на определении предельной силы, необходимой для разрушения гранул испытуемой фракции при одноосном сжатии между двумя параллельными плоскостями.

4.14.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы и материалы

4.14.2.1 Прибор для определения статической прочности гранул типа ИПГ-1М с диапазоном измерения 2-50 Н, в случае если результат измерения выше 50Н, то ИПГ-1М с диапазоном 5-200 Н или другие аналогичные приборы, обеспечивающие определение прочности гранул размером (2-2,5) мм.

4.14.2.2 Устройство для рассева фракций, например, вибропривод, механический встряхиватель (ситовой анализатор) или аналогичное устройство. Допускается ручной рассев.

4.14.2.3 Набор сит с крышкой и поддоном, сита с квадратными отверстиями ячеек 2 мм и круглыми ячейками 2,5 мм, с просеивающей поверхностью из перфорированного листа или сита с сеткой из нержавеющей стали по ГОСТ 3826.

4.14.2.4 Кисть мягкая малярная

4.14.2.5 Пинцет

4.14.2.6 Стаканчик для взвешивания с крышками по ГОСТ 25336.

4.14.3 Подготовка к выполнению измерений

4.14.3.1 Подготовка образца.

Определение статической прочности гранул образца проводится с естественной влажностью.

4.14.3.2 Подготовка устройства для определения статической прочности типа ИПГ-1М.

Включить устройство в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

4.14.4 Порядок выполнения измерений

Сита располагают сверху вниз по степени уменьшения размеров ячеек, заканчивая поддоном. Мерную пробу, подготовленную по п.4.13.3.1, высыпаяют в верхнее сито, набор сит закрывают крышкой и помещают в устройство для отсева.

На устройстве для отсева фракций или вручную выделяют фракцию с гранулами диаметром от 2 мм до 2,5 мм.

Определение окончания просеивания осуществляется при контрольном ручном просеивании сита с размером ячеек 2 мм, при этом сито интенсивно встряхивается над бумагой. Просеивание считается законченным, если при этом не наблюдается падения частиц образца.

Полученную пробу помещают в плотно закрывающийся стаканчик, чтобы

влажность гранул в процессе испытания не изменялась. 20 гранул последовательно одна за другой разрушают на приборе для определения статической прочности гранул.

4.14.5 Обработка результатов измерений

4.14.5.1 Статическую прочность гранул (X) в МПа вычисляют по формуле

$$X = \frac{\sum_{i=1}^{i=20} P_i}{20 \cdot S} = \frac{\sum_{i=1}^{i=20} P_i}{20 \cdot \frac{\pi d_{\text{ср}}^2}{4}} = 64 \cdot 10^{-5} \frac{\sum_{i=1}^{i=20} P_i}{d_{\text{ср}}^2} \quad (26)$$

где P_i - сила, необходимая для разрушения одной гранулы, Н;

S - площадь поперечного сечения гранулы, см²;

$d_{\text{ср}}$ - средний диаметр гранул, условно определяемый среднеарифметическим значением диаметра гранул основной фракции, см. Для фракции (2-2,5) мм средний диаметр гранулы устанавливается 2,25 мм.

Результаты испытаний, полученные в условиях пластической деформации гранул (расплющивание), из обработки исключают.

За окончательный результат измерений статической прочности гранул принимают среднеарифметическое значение двадцати единичных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по п. 4.1.5: относительное расхождение между результатами единичных определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 15.

Таблица 15 – Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения статической прочности гранул

Диапазон измерения статической прочности гранул, МПа	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P=0,95$) $\pm \delta$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости сил, необходимых для разрушения двадцати гранул (показатель повторяемости), σ_r , %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), σ_R , %	Относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений сил, необходимых для разрушения двадцати гранул (предел повторяемости), r , %	Предел внутрилабораторной прецизионности, R_L , %
--	--	--	--	---	---

от 1,0 до 40,0 вкл.	22	48	11	254	31
------------------------	----	----	----	-----	----

4.14.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по п.4.1.5.3.

4.15 Определение динамической прочности гранул

Настоящая методика устанавливает определение динамической прочности гранул для ПГРт и твердой фазы ПГРДФ.

4.15.1 Сущность метода

Метод основан на определении доли неразрушенных гранул после воздействия на них ударных нагрузок и сил трения во вращающемся барабане со стальными шариками. Относительная влажность воздуха в помещении, в котором осуществляются испытания, не должна превышать 40 %.

4.15.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы и материалы

4.15.2.1 Устройство для определения динамической прочности типа ПКПГ-1 или аналогичное.

4.15.2.2 Шарiki металлические диаметром 5 мм

4.15.2.3 Магнит

4.15.2.4 Весы неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d=0,0001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e=0,001$ г по ГОСТ OIML R 76-1;

4.15.2.5 Устройство для рассева фракций, например, вибропривод, механический встряхиватель (ситовой анализатор) или аналогичное устройство. Допускается ручной рассев.

4.15.2.6 Набор сит с крышкой и поддоном, сита с просеивающей поверхностью из перфорированного листа или сита с типом ситовой поверхности по ГОСТ Р 51568 с квадратными отверстиями ячеек, размерами 1 мм, 2 мм и 10 мм.

4.15.2.7 Кисть мягкая малярная.

4.15.3 Подготовка к выполнению измерений

Масса мерной пробы для определения динамической прочности гранул составляет не менее 500 г.

4.15.3.1 Подготовка образца

Определение динамической прочности гранул образца проводится с естественной влажностью.

4.15.3.2 Подготовка устройства для определения динамической прочности типа ПКПГ-1.

Включить устройство в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

На частотном преобразователе установить частоту 15 Гц, что должно соответствовать скорости вращения барабана 83-84 об/мин. На реле времени установить время – 10 минут.

4.15.4 Проведение испытаний

Сита располагают сверху вниз по степени уменьшения размеров ячеек, заканчивая поддоном. Сито с размером ячеек 1 мм является контрольным, сита с размерами ячеек 2 мм и 4 мм являются защитными. Пробу образца массой 170-250 г, подготовленную по п.4.14.3.1, высыпают в верхнее сито, набор сит закрывают крышкой и помещают в устройство для отсева или осуществляют вручную.

Определение окончания просеивания осуществляется при контрольном ручном просеивании сита с размером ячеек 1 мм, при этом сито интенсивно встряхивается над бумагой. Просеивание считается законченным, если при этом не наблюдается падения частиц образца.

По окончании отсева фракцию пробы более 1 мм объединяют, счищают кистью и переносят для взвешивания. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

Образец делят на две части и части помещают в разные отсеки барабана устройства типа ПКПГ-1, подготовленного по п. 4.14.3.2. В отсеки барабана к образцу помещают также стальные шарики диаметром 5 мм и массой, равной массе пробы, взвешивая образец и шарики на весах.

Прибор закрывают крышкой, включают и испытывают образец в течение 10 мин.

По окончании испытания из барабана извлекают стальные шарики с помощью постоянного магнита, аккуратно при помощи кисточки извлекают образец и повторно отсеивают фракцию с частицами размером менее 1 мм, аналогично вышеописанной процедуре.

По окончании повторного отсева фракцию пробы более 1 мм объединяют и взвешивают. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

4.15.5 Обработка результатов измерений

Динамическую прочность гранул (кристаллов) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100 \quad (27)$$

где m - масса пробы после первого отсева, г;

ГОСТ Р

m_1 - масса пробы после повторного отсева, г;

100 - коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят до второго десятичного знака после запятой с последующим округлением результата до целого значения.

За окончательный результат определения динамической прочности гранул принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости и абсолютное расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 16.

Таблица 16 – Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения динамической прочности гранул

Диапазон определения динамической прочности гранул, %	Границы абсолютной погрешности (показатель точности при $P=0,95$) $\pm\Delta$, %	Среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости), σ_r , %	Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), σ_R , %	Абсолютное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости), r , %	Предел внутрилабораторной прецизионности, R_L , %
от 50 до 100 вкл.	7	2	4	5	10

4.15.6 Оформление результатов измерений осуществляют по п. 4.1.5.3

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 неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d=0,0001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e=0,001$ 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°C по всем направлениям;
- стакан В-2-400 по ГОСТ 25336;
- стакан В-1-150 ТС по ГОСТ 25336
- стаканчики для взвешивания СВ-24/10 по ГОСТ 25336;
- криостат жидкостный с регулируемой температурой, поддерживающий температуру минус 5°C , обеспечивающий заданную температуру с погрешностью, не превышающей $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$. Для заполнения термостата используют спирт этиловый технический или этиловый ректификационный, или изоктан 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 ($0,001\text{ г/см}^3$) или ареометры для нефти с ценой деления $0,5\text{ кг/м}^3$ ($0,0005\text{ г/см}^3$) или 1 кг/м^3 ($0,001\text{ г/см}^3$);
- цилиндр мерный 1-250-2 по ГОСТ 1770
- 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 Р 58144;
- 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.

4.16.3.2 Подготовка вискозиметров

ГОСТ Р

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 ($60 \pm 0,1$) г, массу навески фиксируют до второго десятичного знака. Навеску ПГР переносят в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 240 см³ дистиллированной воды, отмеренной с помощью мерного цилиндра вместимостью 250 см³, 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 п.4.2.8.2. Для определения готовят не менее 200 см³ 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 должна быть не менее 200 см³. 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 см³ в химический стакан вместимостью 150 см³, берут

вискозиметр и из стакана с помощью груши заполняют вискозиметр до метки испытуемым раствором ПГМ. Затем вискозиметр помещают в криостат при температуре минус $(5 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$.

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 проводят два параллельных испытания.

4.16.5 Обработка результатов испытаний

Кинематическую вязкость ПГР (V , $\text{мм}^2/\text{с}$) в анализируемой пробе вычисляют по формуле

$$V = K \cdot t, \quad (28)$$

где K - постоянная вискозиметра, $\text{мм}^2/\text{с}^2$;

t - время истечения, с.

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

$$\text{сП} = V \cdot \rho \cdot 10^{-3}, \quad (29)$$

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

Вычисления проводят до третьего десятичного знака с указанием

ГОСТ Р
температуры испытаний.

За окончательный результат определения вязкости принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по п.4.1.5: относительное расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 17.

Таблица 17 – 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), σ_r , $r_{отн}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), σ_R , $R_{отн}$, %	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

4.16.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по п.4.1.5.3.

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 неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d=0,0001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e=0,001$ г по ГОСТ OIML R 76-1;
- морозильная камера или камера тепла-холода, обеспечивающая достижение температуры в рабочей камере не выше минус $(30 \pm 2) ^\circ\text{C}$;
- цилиндр 1-100-2; 1-250-2 по ГОСТ 1770;
- термометры ТИН-8 с диапазоном измерения от минус $80 ^\circ\text{C}$ до плюс $20 ^\circ\text{C}$,

ценой деления 0,5 °С и пределами допускаемой погрешности ± 1 °С по ГОСТ 400;

- 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 см³ ГОСТ 18481;
- стаканчики для взвешивания с крышками по ГОСТ 25336;
- палочка стеклянная;
- фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» и «синяя лента»;
- вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

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 $(60 \pm 0,1)$ г, массу навески фиксируют до второго десятичного знака. Навеску ПГР переносят в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 240 см³ дистиллированной воды, отмеренной с помощью мерного цилиндра вместимостью 250 см³, 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 см³ в цилиндры емкостью 100 см³.

б) Приготовление раствора с массовой долей 20 % из ПГРдф

Подготовка пробы ПГРдф по п.4.2.8.2. Для определения готовят не менее 200 см³ раствора. Перед измерением пробу фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

Готовят два исходных раствора (из двух навесок пробы) для двух

ГОСТ Р
параллельных определений.

в) Подготовка ПГРж

Объем мерной пробы ПГРж для определения температуры начала кристаллизации должен быть не менее 300 см³. Перед измерением пробу фильтруют через обеззоленный фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата. Раствор разливают по 100 см³ в цилиндры емкостью 100 см³.

Для получения результата испытаний проводят два параллельных определения.

4.17.4 Выполнение испытаний

Цилиндры с раствором помещают в морозильную камеру или камеру тепл-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 $(10 \pm 2)^\circ\text{C}$ через смотровое окно снимают показания термометров в цилиндрах через каждые 4°C понижения температуры в камере, а при установлении температуры в растворе минус 10°C снимают показания термометра в цилиндрах через 1°C 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 тепл-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 п.4.1.5: относительное расхождение между результатами двух параллельных измерений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 18.

Таблица 18 – Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения температуры начала кристаллизации

Диапазон измерения температуры начала кристаллизации, $^\circ\text{C}$	Границы относительной погрешности (показатель точности при	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель	Относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных
--	--	---	---	---

	$P=0,95)$ $\pm\delta$, %	повторяемости) , $\sigma_{г, отн}$, %	воспроизводимо сти), $\sigma_{R, отн}$, %	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 п.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, ПГРдф, ПГРт и КМ при минус $(5 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

Время испытания $(3,0 \pm 0,1)$ ч.

Температура воздуха в помещении, в котором осуществляется испытание, не должна превышать $22 ^\circ\text{C}$.

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

При проведении испытаний используются:

- весы неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d=0,0001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e=0,001$ г по ГОСТ OIML R 76-1;
- шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне от $50 ^\circ\text{C}$ до $250 ^\circ\text{C}$ с погрешностью регулирования температуры $\pm 5 ^\circ\text{C}$;
- морозильная камера или камера тепла-холода, обеспечивающая возможность регулирования и поддержания температуры минус $(5 \pm 2) ^\circ\text{C}$;
- водяная баня с температурой нагрева до $100 ^\circ\text{C}$;
- часы электронно-механические кварцевые настольные по ГОСТ 27752;
- секундомер;
- стаканчики для взвешивания с крышками по ГОСТ 25336;
- цилиндр 1-100-2 по ГОСТ 1770;
- металлические цилиндрические чаши с плоским дном внутренним диаметром (100 ± 1) мм и высотой $(10,0 \pm 0,5)$ мм, толщиной стенок $(3,0 \pm 0,3)$ мм из

ГОСТ Р

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 ГОСТ Р 58144;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- кальций хлористый технический по ГОСТ 450;
- механическая мельница любого типа или ступка с пестиком по ГОСТ 9147.
- Распылитель кнопочный для медицинских препаратов или аналогичное устройство для нанесения жидкой фазы на твердую фазу.

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 мерным цилиндром 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 около 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 стаканчики для взвешивания (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, КМ и твердой фазы ПГРдф 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 п.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 $(2,00 \pm 0,1)$ г или ПГРж $(4,00 \pm 0,1)$ 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 п.4.2.8.2), а затем при помощи кнопочного распылителя для медицинских препаратов наносят навеску жидкой фазы (предварительно рассчитанную по п.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 при температуре минус (5 ± 2) °С. Расстояние между чашами в

ГОСТ Р

камере должно быть не менее $\frac{1}{2}$ 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 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 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

Плавающую способность ПГМ или количество расплавленного льда M , г/г, одним граммом ПГМ вычисляют по формуле

$$M = \frac{(m_1 - m_2) + (m_3 - m_0)}{m_{\text{ПГМ}}}, \quad (30)$$

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;

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

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат определения плавающей способности принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по п.4.1.5: относительное расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 19.

Таблица 19 – Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения плавающей способности

Диапазон	Границы	Относительное	Относительное	Относительное
----------	---------	---------------	---------------	---------------

измерения определения плавящей способности, г/г	относительн ой погрешности (показатель точности при $P=0,95$), $\pm\delta$, %	среднеквадрат ическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости) , $\sigma_{г, \text{отн}}$, %	среднеквадрат ическое отклонение воспроизводим ости (показатель воспроизводим ости), $\sigma_{R, \text{отн}}$, %	значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при $P=0,95$), $r_{\text{отн}}$, %
От 0,50 до 8,0 включ.	30	8	15	21

4.18.6 Оформление результата испытаний осуществляют по п.4.1.5.3.

4.19 Методика определения эффективной удельной активности естественных радионуклидов

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

Определение эффективной удельной активности естественных радионуклидов проводят экспрессным или лабораторным методом при помощи переносного радиометра или стационарной радиометрической установки, использующих гамма-спектрометрический метод измерений.

Измерения проводят в соответствии с методикой измерения или руководством по эксплуатации соответствующего прибора.

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 неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d=0,0001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e=0,001$ 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 исп. 1-240; исп. 2-240;
- 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;
- колба мерная 1-1000-2 по ГОСТ 1770;
- 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, обеспечивающее перемешивание со скоростью не менее 150 оборотов в минуту;
- шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне от 50 °С до 250 °С с погрешностью регулирования температуры $\pm 5^{\circ}\text{C}$
- 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 (пункт 5.1). Предпочтительный размер образцов 50х50 мм и толщиной от 1,0 до 3,0 мм (форма и размеры плоских образцов может варьироваться в соответствии с ГОСТ Р 9.905 – (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 (гексаметиленetetрамин), 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 ТУ 2600-001-43852015-10;
- дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144

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.

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 пятого десятичного знака. 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 свежеприготовленным раствором соляной кислоты с добавлением ингибитора уротропина, приготовленной

ГОСТ Р

по п.4.20.3.3. Затем пластины промывают проточной водой, осушают фильтровальной бумагой, нейтрализуют в течение 1 – 2 мин водном растворе двууглекислой соды, с массовой долей 5 %, приготовленной по п. 4.20.3.4, 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 пятого десятичного знака.

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.

Срок использования подготовленных пластин не более 24 часов.

4.20.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты с ингибитором уротропином

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают 250-300 см³ дистиллированной воды, в нее осторожно приливают 500 см³ 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.

4.20.3.4 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 в помещении $(22 \pm 1)^\circ\text{C}$.

б) Приготовление раствора с массовой долей 10 % из ПГРдф

Подготовка пробы ПГРдф по п.4.2.7.2. Для определения готовят не менее 3000 см³ раствора.

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

Температуру приготовленного раствора доводят до температуры в помещении $(21 - 23)^\circ\text{C}$.

в) Подготовка проб КМ

Масса мерной пробы КМ зависит от содержания основных действующих веществ.

КМ берут для испытания с естественной влажностью, приготовление раствора по 4.2.7.3. Для определения готовят не менее 3000 см³ раствора.

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

Температуру приготовленного раствора доводят до температуры $(21 - 23)^\circ\text{C}$.

г) Подготовка проб ПГРж

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

$$m_{\text{ПГР}} = \frac{N \cdot 3000}{X}, \quad (31)$$

$$m_{\text{воды}} = 3000 - m_{\text{ПГР}}, \quad (32)$$

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 $(21 - 23)^\circ\text{C}$.

4.20.4 Проведение испытаний

Металлические рабочие пластины помещают в емкость с водным раствором

ГОСТ Р

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 см³ на 1 см² 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 п.4.20.3.3, 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 п.4.20.3.4, 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.

4.19.5 Обработка результатов испытаний

За основной количественный показатель коррозии принимают скорость потери массы на единицу площади образца. Коррозионную активность K в мг/см²·сут, вычисляют по формуле

$$K = \left[\frac{(m_1 - m_2)}{S \cdot t} - \frac{\sum (m_3 - m_4)}{\sum S_K \cdot t} \right] \cdot 1000, \quad (33)$$

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, см²;

S_K – площадь поверхности контрольной пластины, см²;

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. п.4.1.5 для более двух результатов параллельных определений), относительное расхождение между результатами пяти параллельных определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 20.

Таблица 20 – Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения коррозионной активности

Диапазон определения коррозионной активности, $\text{мг/см}^2 \times \text{сут.}$	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P=0,95$), $\pm\delta$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости), $\sigma_{г, \text{отн}}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{Р, \text{отн}}$, %	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

4.19.6 Оформление результата испытаний осуществляют по п.4.1.5.3.

4.21. Определение степени агрессивного воздействия ПГМ 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 $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$.

За критерий агрессивности принимают величину допустимой потери массы испытываемых образцов, приведенную к его объему $\Delta m_{y\partial}$, в размере 0,07 г/см³.

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

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

При проведении испытаний используются:

- весы неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d=0,001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e=0,01$ г по ГОСТ OIML R 76-1;
- морозильная камера или камера тепла-холода, обеспечивающая поддержание температуры минус (50 ± 5) °C;
- шкаф сушильный, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне от 50 °C до 250 °C с погрешностью регулирования температуры ± 5 °C;
- вакуумный сушильный шкаф, обеспечивающий создание остаточного давления в рабочей камере не более 10 мм.рт.ст.;
- часы электронно-механические кварцевые настольные с таймером о ГОСТ 27752;
- емкости для насыщения и испытания образцов в растворе ПГМ из коррозионностойкого материала;
- ванна для насыщения и оттаивания образцов, оборудованная устройством, обеспечивающим поддержание температуры воды (20 ± 2) °C;
- деревянные или стеклянные подкладки для подкладки под балочку в емкости для насыщения и испытаний образцов;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- хлористый кальций по ГОСТ 450.
- штангенциркуль по ГОСТ 1

4.21.2.1 Требования к бетонным образцам

Образцы бетонные (балочки) для испытаний на агрессивное воздействие изготавливают из бетона со следующими характеристиками: класс прочности – не менее В30 (М400), марка по морозостойкости – F2-150-200, марка по водонепроницаемости – не менее W8, с добавлением воздухововлекающих и пластифицирующих добавок (лигносульфонатные добавки).

– Для приготовления бетона используют материалы (песок, щебень, цемент, вода), соответствующие требованиям действующей нормативной документации по данным материалам. Максимальная крупность щебня – не более 10 мм.

– Способ и режим твердения образцов бетона следует принимать по ГОСТ 18105, ГОСТ 10180 и ГОСТ 22783. Размер образцов балочек (40 х 40 х 160) мм, 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.).

Допускается использовать готовые образцы бетонные (балочки), изготовленные производителями и имеющие характеристики не хуже указанных.

4.21.3 Подготовка к выполнению измерений

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

Перед испытанием образцы тщательно осматривают. Маркируют образцы на верхней грани с помощью трудно стираемой краски или перманентного маркера. Маркировка должна содержать идентификационный номер образца.

4.21.3.1 Подготовка бетонных образцов

Перед испытанием измеряют геометрические размеры балочек для расчета плотности образцов бетона. Плотность бетонного образца (ρ_w) вычисляют по формуле:

$$\rho_w = \frac{m}{V} 1000 \quad (34)$$

где m - масса образца, г;

V - объем образца, см³.

Разброс значений средней плотности бетона отдельных образцов в серии до их насыщения не должен превышать 50 кг/м³, при отклонении балочки забраковываются и в испытаниях не используются.

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.

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

ГОСТ Р

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 на воздухе и в воде. Результат взвешивания фиксируют до третьего десятичного знака.

4.21.3.2 Хранение бетонных образцов

Хранение бетонных образцов (балочек) производится в емкости под слоем песка, смоченного водой. Бетонные образцы (балочки) должны храниться в условиях, максимально приближенных к нормальным.

4.21.3.3 Подготовка проб

Для определения степени агрессивности воздействия на цементобетон ПГРт, ПГРдф, КМ готовят водный раствора 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 1000 г.

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

Объем раствора для проведения испытаний зависит от размера контейнера под балочки.

Пример: для приготовления примерно 1 дм³ водного раствора с массовой долей 10 % из ПГРт, берут навеску ПГРт массой (100 ± 1) г, массу навески фиксируют до второго десятичного знака. Навеску растворяют в 900 г дистиллированной воды. Для проведения испытаний агрессивного воздействия ПГМ на цементобетон, как правило, расходуется примерно 10 дм³ используют раствора ПГМ с массовой долей 10%.

б) Приготовление раствора с массовой долей 10 % из ПГРдф

Подготовка и расчет массы твердой и жидкой фаз пробы ПГРдф для приготовления 10% раствора ПГРдф осуществляется по п. 4.2.7.2.

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

Масса мерной пробы должна быть не менее 1000 г.

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 п.4.2.7.3. Масса мерной пробы должна быть не менее 1000 г.

г) Подготовка проб ПГРж

Мерная проба жидкого ПГР не менее 10 дм³.

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 21.

Т а б л и ц а 21 – Режим замораживания образцов

Время для выхода на заданную температуру	Заданная температура	Время выдержки при заданной температуре
по факту достижения заданной температуры минус $(10 \pm 2) ^\circ\text{C}$	минус $(10 \pm 2) ^\circ\text{C}$	начало замораживания при минус $(10 \pm 2) ^\circ\text{C}$
$(1,00 \pm 0,25)$ ч с минус $(10 \pm 2) ^\circ\text{C}$ до минус $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$	минус $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$	$(3,00 \pm 0,25)$ ч при минус $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$
$(1,0 \pm 0,5)$ ч с минус $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$ до минус $(10 \pm 2) ^\circ\text{C}$	минус $(10 \pm 2) ^\circ\text{C}$	выгружают емкости с балочками при минус $(10 \pm 2) ^\circ\text{C}$

Насыщенные водой образцы помещают в морозильную камеру или камеру тепла-холода при температуре воздуха в ней не выше минус 10°C 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°C .

После установления в закрытой камере температуры минус 10°C , ее понижают в течение $(1,00 \pm 0,25)$ ч до минус $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и выдерживают при этой температуре $(3,00 \pm 0,25)$ ч.

Далее температуру в камере повышают в течение $(1,0 \pm 0,5)$ ч до минус $10 ^\circ\text{C}$ 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 $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$, 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 $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$, 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 $10 ^\circ\text{C}$ и не более 5 суток. При перерыве в испытаниях более 5 суток возобновляют испытания с новой серией образцов.

После каждого пяти циклов испытаний контролируют 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 каждого пяти циклов попеременного замораживания-оттаивания необходимо заменять растворы ПГМ в емкостях на вновь приготовленные.

Число циклов испытаний зависит от значения удельного изменения массы образцов. Если среднеарифметическое значение трех параллельных определений удельного изменения массы образцов после 5 или 10 цикла превышает $0,07 \text{ г/см}^3$ испытание прекращают. Максимальное число циклов 15.

4.21.5 Обработка результатов испытаний

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

$$V = \frac{m_0 - m_{\text{в}}}{\rho_{\text{в}}}, \quad (35)$$

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

$m_{\text{в}}$ – масса образца, насыщенного в воде, определенная взвешиванием в воде, г;

$\rho_{\text{в}}$ – плотность воды, принимаемая равной 1 г/см^3 (пренебрегая влиянием

температуры окружающего воздуха);

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

$$\Delta m_n = m_0 - m_n, \quad (36)$$

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

в) определяют удельное изменение массы образца $\Delta m_{удn}$, г/см³, после 5, 10 и 15 циклов по формуле

$$\Delta m_{удn} = \frac{\Delta m_n}{V} \quad (37)$$

ПГМ считаются не агрессивными, если после 15 циклов замораживания-оттаивания удельное изменение массы образца не превышает 0,07 г/см³.

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 п.4.1.5, относительное расхождение между максимальным и минимальным результатами трех параллельных определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 22.

Таблица 22 – 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), $\sigma_{г, отн}$, %	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 п.4.1.5.3.4.22

4.22 Определение теплового баланса

Настоящая методика устанавливает определение теплового баланса ПГРт,

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 $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

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 (ΔT , $^\circ\text{C}$). 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 , $^\circ\text{C}$) 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 неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d = 0,01$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e = 0,1$ г по ГОСТ OIML R 76-1;
- термометр ТЛ-2 с диапазоном измерения от 0°C до плюс 100°C с ценой деления 1°C ;
- 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 Р 58144.

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 см³ дистиллированной воды, отмеренной с помощью мерного цилиндра вместимостью 250 см³, оставляя в цилиндре воду для обмывания стенок воронки.

Осуществляют сборку калориметрической установки (рисунок 7), 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 в сеть измерительный преобразователь в сеть через сетевой адаптер, затем включают магнитную мешалку. Вращают ручку включения магнитной мешалки, добиваясь оптимальной скорости вращения сердечника магнитной мешалки.

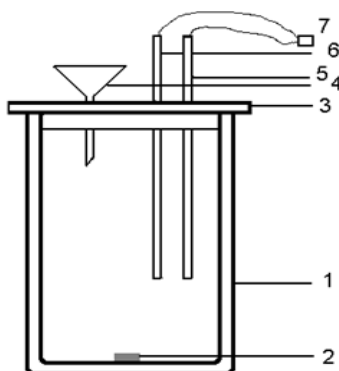


Рисунок 7 – Схема калориметрической установки

1 – калориметрический стакан объемом 200 см³, выполненный по типу сосуда Дьюара;

2 – сердечник магнитной мешалки (магнит);

3 – крышка пластмассовая с тремя отверстиями;

4 – воронка;

5 – датчик температуры;

ГОСТ Р

6 – нагревательный элемент с известным электрическим сопротивлением;

7 – измерительный преобразователь (Эксперт-001-3).

Выдерживают навеску пробы и включенную калориметрическую установку при температуре $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ не менее 15 минут.

Каждое калориметрическое измерение начинают с определения температурного хода калориметрической системы. Для этого в течение нескольких минут измеряют температуру установки (участок АВ на рисунке 8, а, б).

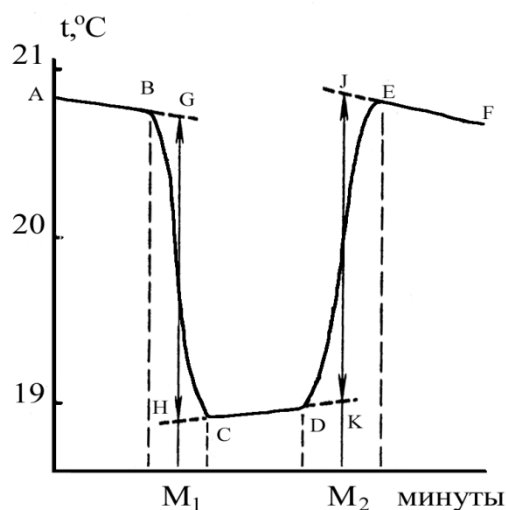
Нажимают и удерживают в течение 2 сек. кнопку «ВКЛ» на измерительном преобразователе «ЭКСПЕРТ-001» (при этом начнет светиться его жидкокристаллический дисплей). Первая надпись на жидкокристаллическом дисплее измерительного преобразователя «ЭКСПЕРТ-001-3» показывает уровень зарядки собственных аккумуляторов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

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

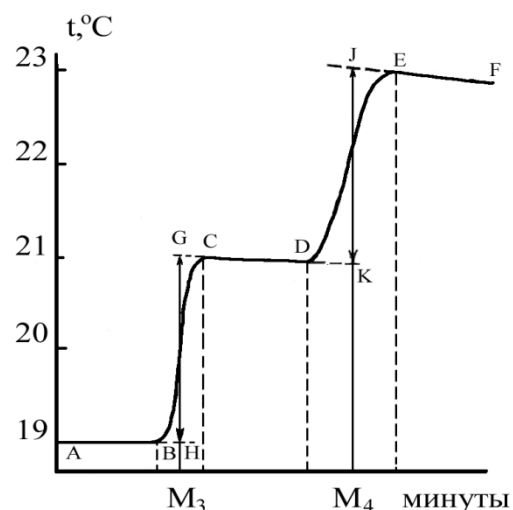
Начинают выполнение испытания, нажав кнопку «ИЗМ». На дисплее появятся данные работы секундомера, работающего в режиме прямого отсчета времени и значения температуры в калориметрическом стакане.

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 8, 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 8 – Изменение температуры

Затем в калориметрический стакан через сухую воронку насыпают приготовленную навеску анализируемого ПГМ. 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 23).

После того, как растворение соли закончится, изменение температуры замедлится и температурный ход снова станет равномерным (участок CD на рисунке 8,а, 8,б), продолжают измерять температуру через каждые 30 с еще в течение 5 мин.). При работе в ручном режиме записывают данные в рабочий журнал (таблица 23).

Таблица 23 – Рабочий журнал для определения теплового баланса калориметрической установки (образец)

Время измерений, с										
Температура измерений, $^\circ\text{C}$										

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 сек., а на оси ординат – температуру (рисунок 8 а, б).

Участок BC на графиках соответствует собственно реакции:

ГОСТ Р

эндотермической на рисунке 8, а и экзотермической на рисунке 8, б. В результате реакции растворения ПГМ в воде наблюдается изменение температуры (ΔT). 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 (AB) 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 AB и CD (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.

4.22.5 Обработка результатов испытаний

За окончательный результат теплового баланса (ΔT , $^{\circ}\text{C}$) принимают значение единичного определения.

Данный метод обеспечивает с вероятностью $P = 0,95$ получение результатов испытаний с погрешностью, не превышающей значений, установленных в таблице 24.

Таблица 24 – Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих метода определения теплового баланса

Диапазон измерения теплового баланса, $^{\circ}\text{C}$	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P=0,95$), $\pm\delta$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R, \text{отн}}$, %
От минус 5 до плюс 40 включ.	30	15

4.22.6 Оформление результата испытаний осуществляют по п.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 Определение массовой доли пылевидных и глинистых частиц в фрикционном материале

4.23.1.1. 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.

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

При проведении испытаний используются:

весы неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d = 0,01$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e = 0,1$ г по ГОСТ OIML R 76-1;

- сито 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 $\pm 5^\circ\text{C}$;
- груша резиновая объемом не более 1 дм³;
- пестик деревянный или пластиковый для перемешивания суспензии;
- противни металлические;
- сосуд цилиндрический объемом не менее 5 дм³ или ведро.

4.23.1.3 Подготовка к выполнению измерений

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

Подготовка посуды

Вся посуда для проведения испытаний должна быть чистой и сухой.

Подготовка проб

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

4.23.1.4 Выполнение измерений

Пробу ФМ массой около 200 г равномерно распределяют по предварительно взвешенному противню (M_0) и высушивают в сушильном шкафу при температуре $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ 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 $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ в течение 2 ч с последующим охлаждением в течение 1 ч. Допускается при наличии жидкости на противне для ее удаления провести предварительное высушивание на песчаной бане, затем противень с ФМ помещают в сушильный шкаф. 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.

4.23.1.5 Обработка результатов испытаний

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

$$\Pi = \frac{M - M_1}{(M - M_0)} \cdot 100, \quad (38)$$

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 P , % принимают значение единичного определения.

Данный метод обеспечивает с вероятностью $P = 0,95$ получение результатов испытаний с погрешностью, не превышающей значений, установленных в таблице 25.

Таблица 25 – 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), $\sigma_{R, \text{отн}}$, %
От 0,50 до 3,50 включ.	30	15

4.23.1.6 Оформление результата испытаний осуществляют по п.4.1.5.3.

4.23.2 Определение массовой доли пылевидных и глинистых частиц в комбинированном материале

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

Метод основан на растворении заданной массы пробы КМ в воде, 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 последующем фильтровании полученного раствора, высушивании и взвешивании пылевидных и глинистых частиц.

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

При проведении испытаний используются:

- весы неавтоматического действия высокого II класса точности с ценой поверочного деления $e = 0,1$ г по ГОСТ OIML R 76-1;
- весы неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d=0,0001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e=0,001$ 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;

ГОСТ Р

– 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 азотнокислородное, ч.д.а., по ГОСТ 1277;
- дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144;
- воронка В-56-80 ХС или В-75-110 ХС по ГОСТ 25336;
- фильтры бумажные беззолные «синяя лента» или «белая лента»;
- эксикатор 1(2) -190(250) по ГОСТ 25336;
- палочка стеклянная или деревянная (для перемешивания раствора).

Подготовка посуды

Вся посуда для проведения испытаний должна быть чистой и сухой.

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 см³, содержащую 20 см³ дистиллированной воды, отмеренной цилиндром вместимостью 20 см³. Затем в эту же колбу цилиндром вместимостью 10 см³ отмеряют 10 см³ 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.

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.

Высушивание повторяют до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более, чем на 0,05 %.

4.23.2.4 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.

4.23.2.5 Выполнение измерений

Пробу КМ массой около 300 г, взвешивают на весах, записывают результат взвешивания до второго десятичного знака переносят в стакан емкостью 1000 см³, приливают дистиллированной воды (500-600) см³, 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 4.23.2.3.

Затем осторожно вынимают фильтр, поддевая стеклянной палочкой с краев, и помещают в тот же стаканчик для взвешивания, в котором его взвешивали до фильтрования.

Фильтр с нерастворимым остатком в стаканчике для взвешивания подсушивают на воронке, аккуратно сворачивая, что бы не потерять осадок, и высушивают в сушильном шкафу 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. Высушивание повторяют до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний будет не более, чем на 0,05 %.

4.23.2.6 Обработка результатов измерений

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

$$\Pi = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (39)$$

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 P , % принимают значение единичного определения.

Данный метод обеспечивает с вероятностью $P = 0,95$ получение результатов испытаний с погрешностью, не превышающей значений, установленных в таблице 26.

Таблица 26 – 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), $\sigma_{R, \text{отн}}$, %
От 0,10 до 3,50 включ.	30	15

4.23.2.7 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 неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d = 0,01$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e = 0,1$ г по ГОСТ OIML R 76-1.
- весы неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d = 0,0001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e = 0,001$ г по ГОСТ OIML R 76-1;
- сушильный шкаф лабораторный, обеспечивающий циркуляцию воздуха и температуру нагрева от 50°C до 250°C , с погрешностью регулирования температуры $\pm 5^\circ\text{C}$;
- 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 Р 58144;
- игла стальная по ГОСТ 8030;
- чистый металлический или пластмассовый лист или стекло квадратной или прямоугольной формы, размером не менее 150 x 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.

4.24.3.2 Подготовка стаканчика для взвешивания

Стаканчик для взвешивания высушивают в сушильном шкафу при температуре $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ 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 $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ 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 на 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 $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ в течение 3 ч с последующим охлаждением в эксикаторе с безводным хлористым кальцием в

ГОСТ Р
течение 30 мин.

Результат взвешивания фиксируют до четвертого десятичного знака.

4.24.5 Обработка результатов испытаний

Содержание комков глины в ФМ Гл, в процентах, рассчитывается по формуле

$$\Gamma_{\text{л}} = \frac{(m_1 - m_2)}{(M - M_0)} \cdot 100 \quad (40)$$

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 27.

Таблица 27 – 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), $\sigma_{R, \text{отн}}$, %
От 0,10 до 3,50 включ.	30	15

4.24.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по п.4.1.5.3.

4.25 Определение марки по дробимости

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

Дробимость фрикционного материала определяют по степени разрушения зерен при сжатии (раздавливании) в цилиндре.

Испытанию подвергается целевая фракция от 2,5 до 5 мм с контрольным ситом 1,25 мм.

4.25.1 Средства измерений и испытательное оборудование:

– Пресс гидравлический с максимальным усилием до 500 кН по ГОСТ

28840.

- Цилиндр стальной с внутренними диаметрами 75 мм и высотой соответственно 75 мм со съемным дном и плунжером (ГОСТ 8269.0).
- Весы неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d = 0,01$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e = 0,1$ г по ГОСТ OIML R 76-1;
- Наборы сит с крышкой и поддоном, сита с круглыми отверстиями ячеек с просеивающей поверхностью из перфорированного листа с размерами ячеек 2,5 мм; 5,0 мм по ТУ 4846-010-11149834-2020;
- Сита с типом ситовой поверхности по ГОСТ Р 51568, размер ячеек сит 1,25 мм;
- Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий температуру нагрева от 50 °С до 250 °С, с погрешностью регулирования температуры ± 5 °С.

Допускается использовать иные средства измерений (испытательное оборудование), подлежащее поверке (аттестации), но не хуже предусмотренных настоящим стандартом.

4.25.2 Порядок подготовки к испытанию

Пробу ФМ высушивают до постоянной массы при температуре (105 ± 5) °С и испытывают в сухом состоянии.

Пробу КМ перед испытанием предварительно отмывают от химической части чтобы количество фрикционного материала хватило для последующего испытания. Затем высушивают до постоянной массы при температуре (105 ± 5) °С и испытывают в сухом состоянии.

Пробу образца ФМ или фрикционную часть КМ после просушивания просеивают на ситах с диаметром отверстий 2,5 и 5,0 мм. Целевой фракцией является проба на сите с отверстиями 2,5 мм. Отсев целевой фракции проводят столько раз, чтобы хватило на два единичных испытания, массой не менее 800 г.

4.25.3 Порядок проведения испытаний

Целевую фракцию насыпают в цилиндр с высоты примерно 50 мм так, чтобы после разравнивания верхний уровень материала примерно на 15 мм не доходил до верхнего края цилиндра. Затем в цилиндр вставляют плунжер так, чтобы плита плунжера была на уровне верхнего края цилиндра. Если верх плиты на плунжере не совпадает с краем цилиндра, то удаляют или добавляют несколько зерен. После этого цилиндр помещают на нижнюю плиту пресса, включают пресс.

Увеличивая силу нажатия пресса на 1 - 2 кН (100 - 200 кгс) в секунду, доводят ее при испытании щебня в цилиндре диаметром 75 мм до 50 кН (5000 кгс).

После сжатия испытываемую пробу высыпают из цилиндра, взвешивают и просеивают через контрольное сито с диаметром отверстий 1,25 мм и взвешивают остаток с контрольного сита.

4.25.4 Обработка результатов испытаний

Дробимость D_p , %, определяют по формуле:

$$D_p = \frac{m - m_1}{m} 100 \quad (41)$$

где m - масса испытываемой пробы фрикционного материала, г;

m_1 - масса остатка на контрольном сите после просеивания раздробленной в цилиндре пробы, г.

За результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Марку по дробимости определяют по таблице 28.

Таблица 28 - Марка по дробимости

Марка по дробимости фрикционного материала из осадочных и метаморфических пород	Потеря массы при испытании фрикционного материала из осадочных и метаморфических пород, %
1200	до 11 включ.
1000	св. 11 до 13 включ.
800	св. 13 до 15 включ.
600	св. 15 до 19 включ.
400	св. 19 до 24 включ.
300	св. 24 до 28 включ.
200	св. 28 до 35 включ.

4.26 Определение пылимости ПГМ

Настоящая методика устанавливает определение пылимости в ПГРт, в твердой фазе ПГРДФ, КМ и ФМ.

4.26.1 Сущность метода

Метод основан на определении количества пыли, выделившейся из продукта при пересыпке его в барабане.

4.26.2 Требования к условиям измерений

- относительная влажность воздуха, не более - 35%;
- температура воздуха – (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление – (84-106) кПа.

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

При проведении испытаний используют:

весы неавтоматического действия высокого II класса точности максимальной нагрузкой 220 г, с дискретностью (ценой деления) $d = 0,0001$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e = 0,001$ г по ГОСТ OIML R 76-1;

весы лабораторные высокого класса точности с максимальной нагрузкой 2200 г и действительной ценой деления шкалы 0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1;

эксикатор по ГОСТ 25336;

силикагель по ГОСТ 3956 или силикагель индикаторный по ГОСТ 8984.

устройство контроля пылимости и динамической прочности сыпучих материалов типа ПКПГ-1 по ГОСТ 21560.3;

фильтродержатель ИРА-40-2М-25 закрытого типа (аллонж);

аналитические аэрозольные фильтры АФА-ВП-40;

аспиратор воздуха автоматический АПВ 4 или любой другой аппарат для отбора воздуха с производительностью до 40 дм³/мин;

ротаметр для измерения расхода воздуха от 1 до 20 л/мин;

трубка резиновая;

компрессор низкого давления.

В барабане ПКПГ-1 устанавливаются штуцеры для отбора пыли и подвода воздуха в соответствии с рисунком 9. Штуцер для подвода воздуха устанавливается против выгнутой вверх внутренней перегородки барабана под углом 20°.

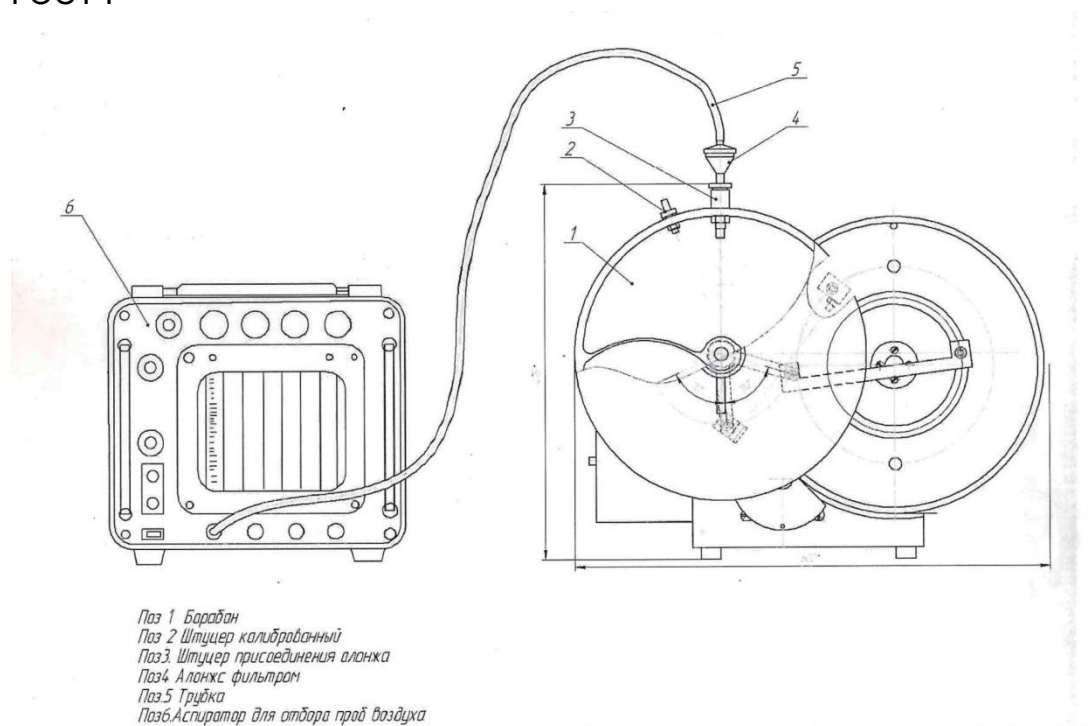


Рисунок 9. Схема устройства для определения пылимости

4.26.4 Подготовка к выполнению измерений

Подготовка устройства контроля пылимости.

Для выполнения испытаний к штуцеру для отбора пыли барабана ПКПГ-1 присоединяют аллонж с фильтром. Последовательность сборки аллонжа с фильтром АФА 40: 1-ая воронка аллонжа, прокладка, фильтр АФА 40 (в бумажном кольце), сетка ИРА 40, прокладка, 2-ая воронка аллонжа. Фильтродержатель (аллонж) с фильтром присоединяют к установке для отбора воздуха резиновым шлангом в соответствии с рисунком 10.

Барабан с пробой устанавливают таким образом, чтобы штуцер для отбора пыли совпадал с вертикальной осью.



Рисунок 10. Схема сборки фильтродержателя (аллонжа) с фильтром АФА 40

Подготовка проб ПГРт и твердой фазы ПГРдф и КМ.

Определение пылимости проводят для ПГМ с его естественной влажностью.

Масса отобранной для испытаний пробы должна быть не менее 1200 г и не более 3000 г.

Проводят ручное квартование пробы по п. 4.2.5.

Загрузка пробы в отсек барабана должна быть (300 ± 50) г.

4.26.5 Выполнение измерений

На передней стенке корпуса прибора ПКПГ-1 устанавливают значение регулятора частоты 7,5 Гц и на реле времени - цифру 2 (2 минуты). В течение 2-х минут прибор совершает (40 ± 5) качаний барабана. За одно качание барабана принимается отклонение его в правую сторону, затем в левую сторону и возвращение в исходное положение. Для обеспечения максимально возможного пересыпания продукта, качание барабана осуществляется на угол не менее 70° от вертикальной оси.

Навеску взвешивают на лабораторных весах высокого класса точности до второго десятичного знака, помещают в отсек барабана ПКПГ-1, к которому подсоединен аллонж.

Аналитический аэрозольный фильтр АФА-ВП-40 (предварительно выдержанный в эксикаторе с осушителем-силикагелем не менее 2 часов) взвешивают на весах специального класса точности и фиксируют массу до четвертого десятичного знака.

Фильтр устанавливают в аллонж согласно рис. 10) и соединяют установку с аспиратором (рис. 9).

Герметично закрытый барабан фиксируют на установку ПКПГ-1 согласно рисунку 9.

Перед испытанием собранную установку необходимо проверить на герметичность. Для этого включают аспиратор и перекрывают калибровочный штуцер, поплавков при этом должен опуститься до нижнего значения ротаметра.

При подтверждении герметичности барабана можно начинать испытание, открыв калибровочный штуцер. При отсутствии герметичности, необходимо устранить утечку воздуха.

Одновременно включают привод барабана и аспиратор. Аспиратором отбирается воздух с пылью. При этом расход воздуха по каналу от 9 до 11 дм³/мин.

После остановки барабана сразу выключают аспиратор, извлекают фильтр из аллонжа и взвешивают фильтр с пылью на весах специального класса точности до четвертого десятичного знака.

ГОСТ Р

Перед проведением последующего параллельного определения из отсека барабана ПКПГ-1 удаляют остатки пробы. Для этого отсек барабана очищают щеткой, сухим бумажным полотенцем и обдувают воздухом с помощью компрессора низкого давления.

Проводят два параллельных определения.

4.26.6 Обработка результатов измерений

Пылимость или количество пыли, выделившейся из продукта при пересыпке его в барабане П, г/кг, вычисляют по формуле:

$$П = \frac{m_1 - m}{M} \cdot 1000$$

где

m – масса аэрозольного фильтра без пыли, г;

m₁ – масса аэрозольного фильтра с пылью, г;

M - масса пробы, г;

1000 - коэффициент пересчета пылимости в г/кг.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За результат измерения пылимости принимают среднеарифметическое значение результатов 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 28.

Таблица 28 - Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения пылимости.

Диапазон измерения пылимости, г/кг	Границы относительной погрешности ¹ (показатель точности при P=0,95), ± δ, %	Относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости), σ _{r,отн} , %	Относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), σ _{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 вкл.	43	17	22	48
от 0,101 до 0,500 вкл.	19	9	10	26

Примечание: Соответствует расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k = 2.

4.26.7 Оформление результатов испытаний осуществляют по п.4.1.5.3.

4.27 Определение скорости срабатывания ПГР

Настоящая методика устанавливает требования к определению скорости

срабатывания ПГРт и ПГРдф.

4.27.1 Сущность метода

Метод основан на определении массы льда, расплавленного ПГР в течение 20 минут при температуре воздуха минус 15 °С. Скоростью срабатывания ПГР является отношение массы расплавленного льда ко времени испытания, мг/мин.

Масса навески ПГРт и твердой фазы ПГРдф: $(2,00 \pm 0,05)$ г.

Температура воздуха в камере тепла-холода при проведении испытаний: минус (15 ± 2) °С.

Время испытания: $(20,0 \pm 0,5)$ мин.

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

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

При проведении испытаний используются:

- весы неавтоматического действия высокого II класса точности с дискретностью (ценой деления) $d = 0,01$ г и ценой поверочного деления (предельно допустимой погрешностью) $e = 0,1$ 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 ± 2 °С;
- камера тепла-холода, обеспечивающая возможность регулирования и поддержания температуры минус (15 ± 2) °С;
- морозильная камера, обеспечивающая возможность поддержания температуры около минус 18 °С;
- водяная баня с температурой нагрева до 100 °С;
- часы электронно-механические кварцевые настольные по ГОСТ 27752;
- секундомер;
- стаканчики для взвешивания с крышками по ГОСТ 25336;
- цилиндр 1-100-2 по ГОСТ 1770;
- металлические цилиндрические чаши с плоским дном внутренним диаметром (100 ± 1) мм и высотой $(10,0 \pm 0,5)$ мм, толщиной стенок $(3,0 \pm 0,3)$ мм из коррозионностойкого материала, не теряющие форму и качество при отрицательных температурах воздуха;
- металлический диск из коррозионностойкого материала, толщиной (10 ± 2) мм и диаметром не менее 70 мм и не более 95 мм;
- вода дистиллированная ГОСТ Р 58144;
- эксикатор по ГОСТ 25336;

ГОСТ Р

- кальций хлористый технический по ГОСТ 450 или силикагель по ГОСТ 8984;
- наборы сит с крышкой и поддоном, сита с квадратными отверстиями ячеек размерами 3,0 мм, 3,2 мм с просеивающей поверхностью из перфорированного листа или сита с типом ситовой поверхности по ГОСТ Р 51568;
- распылитель кнопочный для медицинских препаратов или аналогичное устройство для нанесения жидкой фазы на твердую фазу.

4.27.3 Подготовка к выполнению испытаний

Перед выполнением испытаний проводят подготовку посуды, льда и проб.

4.27.3.1 Подготовка посуды

Две 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_o)

4.27.3.2 Подготовка льда

Для приготовления льда во взвешенные чаши (m_o) заливают мерным цилиндром дистиллированную воду в количестве (60 ± 5) мл и устанавливают в морозильную камеру с температурой около минус 18 °С на ровную плоскую поверхность.

Выравнивание поверхности льда в случае необходимости проводят с применением алюминиевого диска. Для этого осуществляют поступательно-возвратные горизонтальные 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.

4.27.3.3 Подготовка проб

Пробы ПГРт и твердой фазы ПГРдф берут с естественной влажностью. Для длительного хранения бюксы помещают в эксикатор с водопоглотителем (кальций хлористый или силикагель) и хранят до проведения испытаний.

Пробу ПГРт/твердой фазы ПГРдф отсеивают на ситах с квадратными отверстиями с номинальным размером ячейки 3 мм и 3,2 мм. Полученную фракцию 3,0-3,2 мм ПГРт/твердой фазы ПГРдф используют для взятия навесок в испытаниях.

Для определения скорости срабатывания берут навеску ПГРт/твердой фазы ПГРдф фракции 3 – 3,2 мм в количестве $(2,00 \pm 0,05)$ г.

Жидкую фазу ПГРдф для испытаний берут в нативном состоянии (без разбавления). Количество жидкой фазы ПГРдф рассчитывают по п. 4.2.8.2.

Готовят две навески проб для двух параллельных определений.

4.27.4 Выполнение испытаний

Испытания проводят с одновременным размещением в камере тепла-холода двух чаш для каждого испытания.

Две чаши со льдом взвешивают (m_1) с записью результатов взвешивания до второго десятичного знака. Переносят чаши со льдом в камеру тепла-холода с установленной температурой минус $(15 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

Закрытые стаканчики для взвешивания с навесками ПГРт/твердой фазы ПГРдф в количестве $(2,00 \pm 0,05)$ г и навески жидкой фазы ПГРдф устанавливают в камеру тепла-холода и выдерживают при температуре минус $(15 \pm 2) ^\circ\text{C}$ в течение 10 минут.

Через 10 минут на гладкую ровную поверхность льда распределяют ровным слоем навеску ПГРт/твердой фазы ПГРдф непосредственно в камере тепла-холода.

При испытании ПГРдф после нанесения на поверхность льда навески твердой фазы наносят навеску жидкой фазы при помощи кнопочного распылителя для медицинских препаратов непосредственно на твердую фазу. Рекомендуется количество распылений из распылителя для медицинских препаратов предварительно определить опытным путем.

Процедура нанесения должна быть максимально оперативной и продолжаться не более 20 с.

Камеру закрывают и выдерживают в течение $(20,0 \pm 0,5)$ минут.

По окончании испытания чаши последовательно достают из камеры, сливают образовавшуюся на поверхности льда талую воду, обтирая края чаш фильтровальной бумагой. Данную процедуру выполняют максимально быстро (в течение 5-8 с), ориентируясь на секундомер, чтобы минимизировать искажение результата от таяния льда при комнатной температуре. Чаши с остатками нерасплавленного льда и ПГР взвешивают (m_2).

Чаши с остатками льда выпаривают на водяной бане до видимого сухого остатка. Далее их высушивают в сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ до постоянной массы - разница между двумя последовательными взвешиваниями пробы не должна превышать 0,01% от массы чаши с сухим остатком, но не менее 3 часов, 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.

4.27.5 Обработка результатов испытаний

Скорость срабатывания ПГР C_c^{20} или массу расплавленного льда в единицу

$$C_c^{20} = \frac{m_1 - m_2 + m_3 - m_0}{t} \times 1000, \quad (43)$$

где m_1 – масса чаши со льдом до обработки ПГР, г;

m_2 – масса чаши после испытаний с остатками нерасплавленного льда и ПГР, г;

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

m_0 – масса пустой чаши, г;

t – время испытания, мин.

Вычисления проводят до первого десятичного знака.

За окончательный результат определения скорости срабатывания ПГР принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по п.4.1.5: относительное расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 29.

Таблица 29 – Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения скорости срабатывания ПГР

Диапазон измерения скорости срабатывания ПГР, мг/мин	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P=0,95$), $\pm\delta$, %	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 двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при $P=0,95$), $r_{\text{отн}}$, %
От 10 до 69 включ.	30	13	16	37
От 70 до 200 включ.	25	12	13	35

4.27.6 Оформление результатов испытаний осуществляют по п.4.1.5.3, только в виде среднеарифметического значения двух параллельных определений. Численное значение окончательного результата округляют до целого значения.

4.28 Методика определения соответствия ПГР типу «Низкотемпературный»

Настоящая методика устанавливает требования к определению соответствия противогололедных реагентов ПГРт и ПГРдф типу «Низкотемпературный».

4.28.1 Сущность метода

Метод основан на установлении соответствия двух характеристик ПГР условиям их применимости при температурах воздуха минус 15 °С и ниже: 1) скорость срабатывания ПГР должна быть не менее 90 мг/мин и 2) низкотемпературная плавающая способность ПГР должна быть не менее 1,3 г/г. ПГР относится к низкотемпературным, если выполняются оба вышеуказанных условия.

4.28.2 Измерение скорости срабатывания ПГР при определении соответствия ПГР типу «Низкотемпературный»

Измерение скорости срабатывания заключается в определении массы льда, расплавленного ПГР за 20 минут при температуре воздуха минус 15 °С. Скоростью срабатывания ПГР является отношение массы расплавленного льда ко времени испытания, мг/мин.

Скорость срабатывания ПГР определяют по п. 4.27.

4.28.3 Измерение низкотемпературной плавающей способности при определении соответствия ПГР типу «Низкотемпературный»

Измерение низкотемпературной плавающей способности ПГР заключается в определении массы льда, расплавленного ПГР за 40 минут при температуре воздуха минус 15 °С. Плавающей способностью ПГР является отношение массы расплавленного льда к массе навески ПГР, г/г.

Масса навески ПГРт и твердой фазы ПГРдф: $(2,00 \pm 0,05)$ г.

Температура воздуха в камере тепла-холода при проведении испытаний: минус (15 ± 2) °С.

Время испытания: $(40,0 \pm 0,5)$ мин.

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

Требования к средствам измерений, аппаратуре, материалам, вспомогательным устройствам и подготовка к выполнению испытаний аналогичны представленным в п.4.27.2-4.27.3.

Испытания проводят с одновременным размещением в камере тепла-холода двух чаш для каждого испытания.

ГОСТ Р

Две чаши со льдом взвешивают (m_1) с записью результатов взвешивания до второго десятичного знака. Переносят чаши со льдом в камеру тепла-холода с установленной температурой минус $(15 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Закрытые стаканчики для взвешивания с навесками ПГРт/твердой фазы ПГРдф в количестве $(2,00 \pm 0,05)$ г и навески жидкой фазы ПГРдф устанавливают в камеру тепла-холода и выдерживают при температуре минус $(15 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 10 минут.

Через 10 минут на гладкую ровную поверхность льда распределяют ровным слоем навеску ПГРт/твердой фазы ПГРдф непосредственно в камере тепла-холода.

При испытании ПГРдф после нанесения на поверхность льда навески твердой фазы наносят навеску жидкой фазы при помощи кнопочного распылителя для медицинских препаратов непосредственно на твердую фазу. Рекомендуется количество распылений из распылителя для медицинских препаратов предварительно определить опытным путем.

Процедура нанесения должна быть максимально оперативной и продолжаться не более 20 с.

Камеру закрывают и выдерживают в течение $(40,0 \pm 0,5)$ минут.

По окончании испытания чаши последовательно достают из камеры, сливают образовавшуюся на поверхности льда талую воду, обтирая края чаш фильтровальной бумагой. Данную процедуру выполняют максимально быстро (в течение 5-8 с), ориентируясь на секундомер, чтобы минимизировать искажение результата от таяния льда при комнатной температуре. Чаши с остатками нерасплавленного льда и ПГР взвешивают (m_2).

Чаши с остатками льда выпаривают на водяной бане до видимого сухого остатка. Далее их высушивают в сушильном шкафу при температуре $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ до постоянной массы - разница между двумя последовательными взвешиваниями пробы не должна превышать 0,01% от массы чаши с сухим остатком, но не менее 3 часов, 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.

Низкотемпературную плавящую способность ПГР Π_{HT} или массу расплавленного льда одним граммом ПГР, г/г, вычисляют по формуле:

$$\Pi_{\text{HT}} = \frac{m_1 - m_2 + m_3 - m_0}{m_{\text{ПГР}}}, \quad (44)$$

где m_1 – масса чаши со льдом до обработки ПГР, г;

m_2 – масса чаши после испытаний с остатками нерасплавленного льда и ПГР, г;

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

m_0 – масса пустой чаши, г;

$m_{ПГР}$ – масса навески ПГР, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения низкотемпературной плавящей способности ПГР принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости по п.4.1.5: относительное расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости (r), установленного в таблице 30.

Оформление результатов измерений низкотемпературной плавящей способности осуществляют по п.4.1.5.3, только в виде среднеарифметического значения двух параллельных определений. Численное значение окончательного результата округляют до двух значащих цифр.

Таблица 30 – Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих, предела повторяемости метода определения низкотемпературной плавящей способности ПГР

Диапазон измерения низкотемпературной плавящей способности ПГР, г/г	Границы относительной погрешности (показатель точности при $P=0,95$), $\pm\delta$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости (показатель повторяемости), $\sigma_{г, \text{отн}}$, %	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости (показатель воспроизводимости), $\sigma_{R, \text{отн}}$, %	Относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами параллельных определений (предел повторяемости при $P=0,95$), $r_{\text{отн}}$, %
От 0,50 до 1,2 включ.	20	11	10	30
От 1,3 до 1,9 включ.	17	8	9	23
От 2,0 до 3,5 включ.	30	11	16	30

4.28.4 Оформление результатов определений соответствия ПГР типу «Низкотемпературный».

По факту проведения измерений скорости срабатывания и низкотемпературной плавящей способности оформляется результат определения соответствия ПГР типу «Низкотемпературный».

Условия соответствия ПГР типу «Низкотемпературный»:

ГОСТ Р

- 1) скорость срабатывания ПГР - не менее 90 мг/мин;
- 2) низкотемпературная плавящая способность ПГР - не менее 1,3 г/г.

При выполнении двух вышеуказанных условий одновременно выдается результат, что данный ПГР является низкотемпературным.

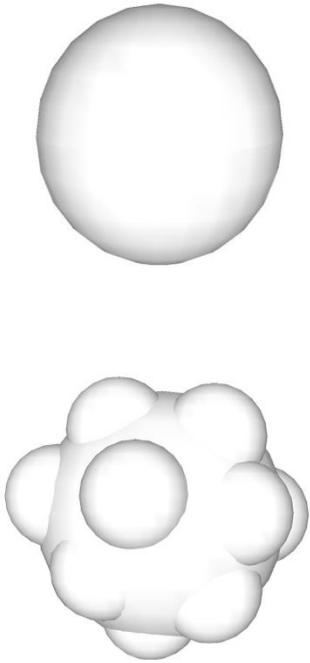
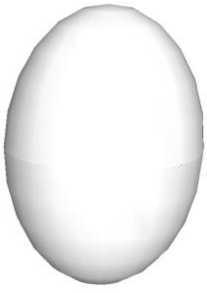
При невыполнении двух вышеуказанных условий одновременно выдается результат, что данный ПГР является стандартным.

5. Порядок оформления результатов испытаний

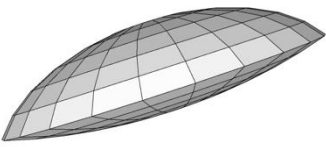
Результаты испытаний оформляют документом в соответствии с требованиями ГОСТ Р 58973 «Оценка соответствия. Правила к оформлению протоколов испытаний» и ГОСТ ISO/IEC 17025 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий».

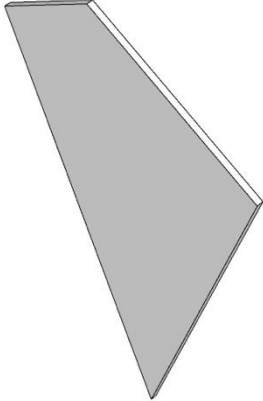
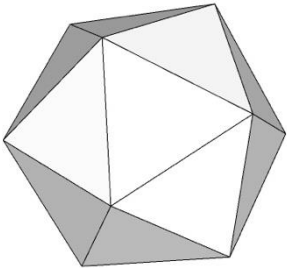
Приложение А
(обязательное)
Виды форм гранул противогололедных материалов

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	

**Приложение В
(справочное)****Оценка неопределенности измерений**

В соответствии с п.7.6 ГОСТ ISO/IEC 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» лаборатории должны определять вклад(ы) в неопределенность измерений и оценивать неопределенность измерений.

1. Процедура оценивания стандартной неопределенность по типу А.

Стандартную неопределенность по типу А рассчитывают по плотности распределения вероятностей, полученной из распределения частот.

Метод А для оценивания стандартной неопределенности – это метод, при котором неопределенность измерения оценивается с помощью статистического анализа ряда наблюдений. В этом случае стандартная неопределенность измерения является экспериментальным стандартным отклонением среднего значения, которое получается с помощью методов усреднения или регрессионного анализа. Метод типа А применяется, когда для одной из входных величин при одинаковых условиях измерения проведены n независимых наблюдений.

Для расчетов неопределенности по типу А можно использовать результаты исследований по валидации, результатов исследований для построения ККШ и др.

1.1 Алгоритм расчета неопределенности по типу А:

1.1.1 Провести эксперимент и получить n независимых наблюдений.

1.1.2 Рассчитать среднее значение и дисперсию отдельных наблюдаемых значений по формулам:

$$X_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}; \quad S_x^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - X_{cp})^2}{n-1}$$

1.1.3 Рассчитать СКО по формуле:

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - X_{cp})^2}{n-1}}$$

Это экспериментальное стандартное отклонение

1.1.4 Рассчитать экспериментальную дисперсию среднего значения и экспериментальное стандартное отклонение среднего значения по формулам:

$$S_{xcp}^2 = \frac{S^2(x)}{n} \quad S_{xcp} = \sqrt{\frac{S^2(x)}{n}}$$

1.1.5 Стандартная неопределенность измерения равна экспериментальному стандартному отклонению среднего значения:

$$u(x) = S_{xcp}$$

1.1.6 При предоставлении оценки составляющей неопределенности $u(x)$ по типу А необходимо указывать соответствующее ей число степеней свободы ν_i ($\nu_i = n - 1$)

2. Процедура оценивания неопределенности по типу В.

Стандартную неопределенность по типу В рассчитывают по предполагаемой плотности распределения вероятностей, отражающей степень уверенности в появлении того или иного события, на основе обобщения и анализа всей доступной информации о возможной вариативности входной величины.

Такая информация может включать в себя:

- данные предшествующих измерений;
- полученные опытным или теоретическим путем сведения о свойствах материалов и характеристиках приборов;
- характеристики, заявляемые изготовителем;
- данные, приводимые в свидетельствах о калибровке и других документах;
- неопределенности величин, которые вместе со значениями этих величин приведены в справочниках.

2.1 Этапы процедуры оценивания стандартной неопределенности по типу В:

Этап 1 – Описать измеряемую величину;

Этап 2 – Выявить источники неопределенности;

Этап 3 – Количественно описать составляющие неопределенности (вычислить стандартную неопределенность);

Этап 4 – Вычислить суммарную стандартную неопределенность;

Этап 5 – Вычислить расширенную неопределенность.

2.1.1 Этап 1. Описание измеряемой величины

- записать полное уравнение для расчета измеряемой величины из НД в виде функциональной зависимости

$$Y=f(\{X_1, X_2...X_n\}) \quad \text{наприм} \quad M = \frac{(m_1 - m_2) + (m_3 - m_0)}{m_{\text{ПГМ}}}$$

- при необходимости ввести поправки на известные систематические эффекты (на общее смещение, влияние факторов окружающей среды, матричные эффекты и пр).

2.1.2 Этап 2. Выявление источников неопределенности

Основные источники неопределенности при реализации аналитического процесса: пробоотбор, условия хранения и подготовка проб, аппаратные эффекты, чистота реактивов, условия измерений, влияние пробы, вычислительные эффекты, поправка на холостую проб, влияние оператора, случайные эффекты (присутствуют всегда).

Перечень источников неопределенности в аналитической методике:

№	Стадия анализа	Источник неопределенности
1	Пробоотбор	Неоднородность
		Физическое состояние материала (твердое, жидкое, газ)
		Влияние температуры и давления (условия хранения)
		Влияние процесса пробоотбора на состав пробы (погрешность точки отбора)
		Погрешность выполнения отбора проб (высота, глубина, высота)
		Условия транспортировки пробы
		Загрязнение при пробоотборе
2	Подготовка пробы	Хранение анализируемых проб до анализа
		Гомогенизация и/или влияние способа получения пробы
		Сушка
		Измельчение

		Экстрагирование
		Возможное загрязнение
		Получение производных (химические эффекты)
		Разбавление (неточное разбавление)
		Концентрирование (предварительное)
		Контроль влияния формы существования компонентов
		Взвешивание
3	Стандартные образцы	Неопределенность СО
		Адекватность СО анализируемым пробам
4	Градуировка прибора	Погрешность градуировки прибора при использовании АР
		Неопределенность АР
		Адекватность АР для градуировки анализируемым пробам
		Прецизионность СИ
5	Анализ	Чистота реактивов
		Мешающие влияния матрицы, реактивов и других определяемых компонентов
		Установка инструментальных параметров
		Прецизионность от серии к серии
		Условия измерений (соответствие температуры, влажности, давления окружающей среды измерительному процессу)
		Поправка на холостую пробу
		Использование автоматизированных анализаторов и систем подачи образца (автосэмплеров) - перенос предыдущей пробы
		Влияние оператора (органы чувств и другие систематические ошибки)
6	Обработка данных	Усреднение (параллельные измерения)
		Правильность округления и отбрасывания цифр
		Статистика
		Алгоритмы обработки данных
7	Представление	Окончательный результат

	результатов	Оценка неопределенности
		Доверительный интервал
8	Интерпретация результатов	Соответствие заданным пределам/границам
		Соответствие нормативным требованиям
		Соответствие цели

Примечание:

- Не все составляющие вносят вклад в суммарную неопределенность. Если число составляющих невелико, то те из них, которые по своей величине меньше 1/3 самой большой составляющей, можно исключить из рассмотрения.

- Нужно сделать предварительную оценку вклада каждой составляющей или суммы нескольких составляющих, и теми вкладами, которые оказались не значимы, можно пренебречь.

2.1.3 Этап 3. Количественное выражение составляющих неопределенности. Расчет стандартной неопределенности

На данном этапе вклад каждого выявленного источника неопределенности вычисляется исходя из теоретических соображений и с применением допущений о характере функции распределения:

№	Распределение	Случаи применения	Стандартная неопределенность	Объект оценки
1	Нормальное	Оценка проводится из повторных наблюдений случайной величины	$u(x)=s$; (δr) - СКО	параллельные определения, величины, представленные в виде
		Неопределенность дана в виде:		
		- стандартного отклонения s	$u(x)=s$	
		- относительного стандартного отклонения $s/\bar{X}_{cp}$	$u(x)=x^* (s/\bar{X}_{cp})$	
		- доверительного интервала с доверительным уровнем v	$u(x)= \Delta /1,64$ при $P=0,90$	

		виде $x \pm \Delta$ при $P = (90, 95, 99), \%$	$u(x) = \Delta / 1,96$ при $P = 0,95$ $u(x) = \Delta / 2,58$ при $P = 0,99$	$x \pm \Delta$ при $P, \%$
2	Прямоугольное	В технической документации даны пределы без указания уровня доверия $x \pm \Delta$ Оценка дана в виде максимального диапазона ($\pm \Delta$) и форма распределения неизвестна	$u(x) = \Delta / \sqrt{3}$	весы, чистота реактивов, молярные массы, градуировки, СИ и др. факторы
3	Треугольное	Оценка дана в виде максимального диапазона ($\pm \Delta$) и форма распределения симметричная		

Примеры расчетов:

№	Распределение	Исходные данные	Расчет стандартной неопределенности
1	Нормальное	Техническое описание в МВИ: Весы с погрешностью $\pm 0,5$ мг при $P = 0,95\%$	$u(x) = 0,5 / 1,96 = 0,26$
2	Прямоугольное	Техническое описание в паспорте: 1. Чистота вещества 99,6% 2. Чистота вещества 99,6% с неопределенностью $\pm 0,3\%$ 3. Дозатор объемом 100-1000 мкл с погрешностью 0,8% . Взятый объем- 100 мкл	$1,0 - 0,996 = 0,004$ $u(x) = 0,004 / \sqrt{3} = 0,0023$ $u(x) = 0,3 / \sqrt{3} = 0,17$ $100 * 0,8\% = 0,8$ мкл $u(x) = 0,8 / \sqrt{3} = 0,46$
3	Треугольное	Техническое описание в ГОСТ: 1. Мерная колба 2 класса объемом 100 мл с допустимой погрешностью	$u(x) = 0,20 / \sqrt{6} = 0,082$

		колбы 0,20 2. Пипетка 2 класса объемом 1 мл с пределом допускаемой погрешностью $\pm 0,01$	$u(x)=0,01/\sqrt{6}=0,004$
--	--	---	----------------------------

2.1.4 Этап 4. Расчет суммарной стандартной неопределенности

Суммарная стандартная неопределенность рассчитывается по формуле:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i)$$

f – функция, записанная на 1 этапе

$u(x_i)$ – неопределенность, оцененная по типу А или по типу В

$$\frac{\partial f}{\partial x_i} = c_i \text{ - коэффициент чувствительности}$$

Коэффициент чувствительности показывает, как изменяется выходная величина y с изменением входных величин $x_1, x_2, \dots, x_N$. Так, при небольшом изменении величины x_i на величину Δx_i , величина y изменится на $(\Delta y)_i = (\partial f / \partial x_i) (\Delta x_i)$. В случае линейной зависимости $(\partial f / \partial x_i) = 1$ и уравнение суммарной стандартной неопределенности можно записать:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N u^2(x_i)$$

Таким образом, для расчета суммарной стандартной неопределенности необходимо просуммировать вклады источников неопределенности, полученных на этапе 3, в соответствии с правилами (п. 3).

Для входных величин, которые являются коррелированными (зависимыми друг от друга тем или иным способом, например, при калибровке прибора), среди вкладов неопределенности необходимо учитывать ковариацию, связанную с обоими оценками x_i и x_j :

$$u(x_i, x_j) = u(x_i) u(x_j) r(x_i, x_j) \quad (i \neq j)$$

как дополнительный вклад в неопределенность измерения. Степень корреляции определяется через коэффициенты корреляции $r(x_i, x_j)$ ($|r| \leq 1$).

Если коэффициент не известен, необходимо его рассчитать и при расчетах неопределенности следует его учитывать.

2.1.5 Этап 5. Расчет расширенной неопределенности

Расширенную неопределенность получают умножением суммарной стандартной неопределенности на коэффициент охвата k :

$$U = k \cdot u_c(y)$$

а). Коэффициент охвата $k=2$ при $P=0.95$

б). Коэффициент охвата $k=3$ при $P=0.99$

Полный результат измерения, который состоит из оценки y измеряемой величины и связанной с ней расширенной неопределенностью измерения U , записать в виде:

$$y \pm U, \text{ при } P=0,95 \text{ и } k=2$$

Окончательный результат измерения представляется в виде:

«Результат измерений составляет ($y \pm U$), где число, следующее за знаком $\pm$, является численным значением расширенной неопределенности, которая получена умножением суммарной стандартной неопределенности на коэффициент охвата $k = 2$, основанный на предполагаемом нормальном распределении, и определяет интервал, соответствующий вероятности охвата приблизительно 95 %».

3. Правила суммирования стандартных неопределенностей:

Правило 1

Для формул, включающих только суммы или разности величин, например, $y = (p + q - r + \dots)$ суммарная стандартная неопределенность $u_c(y)$ представляется выражением:

$$u_c(y) = \sqrt{u(p)^2 + u(q)^2 + \dots}$$

Пример:

Дана модель: $y = (p - q + r)$.

Значения параметров и их стандартные неопределенности:

параметр	значение	стандартная неопределенность,
p	5, 02	0, 13
q	6, 45	0,05
r	9, 04	0,22

Расчет: $y = 5,02 - 6,45 + 9,04 = 7,61$

$$\sqrt{u_c(y)^2} = 0,05^2 + 0,22^2$$

Правило 2

Для формул, включающих только произведения или деления, например, $y = (p \cdot q \cdot r \cdot \dots)$ или $y = p / (q \cdot r \cdot \dots)$ суммарная стандартная неопределенность $u_c(y)$ представляется через относительное стандартное отклонение выражением:

$$u_c(y) = y \sqrt{\left(\frac{u(p)}{p}\right)^2 + \left(\frac{u(q)}{q}\right)^2 + \dots}$$

Пример:

Дана модель: $y = (o \cdot p / q \cdot r)$.

Значения параметров и их стандартные неопределенности:

параметр	значение	стандартная неопределенность,
o	2,46	0, 02
p	4,32	0, 13
q	6,38	0,11
r	2,99	0,07

Расчет:

$$y = (2,46 \cdot 4,32) / (6,38 \cdot 2,99) = 0,56$$

$$u(y) = 0,56 \times \sqrt{\left(\frac{0,02}{2,46}\right)^2 + \left(\frac{0,13}{4,32}\right)^2 + \left(\frac{0,11}{6,38}\right)^2 + \left(\frac{0,07}{2,99}\right)^2} \Rightarrow u(y) = 0,56 \times 0,043 = 0,024$$

!! В этих правилах вычитание рассматривать как сложение, а деление – как умножение.

Для того, чтобы просуммировать составляющие неопределенности в комбинированных формулах, нужно разбить формулу на отдельные выражения, состоящие только из тех операций, которые попадают под одно

из этих двух правил. Выражение $(o+p) / (q+r)$ разбить на 2 части $(o+p)$ и $(q+r)$. Промежуточные неопределенности для каждой из них считают по правилу 1, суммарную стандартную неопределенность по правилу 2. Допускается в таких случаях считать по правилу 2.

Примеры проведения расчетов при оценке суммарной стандартной неопределенности по типу В

Пример 1.

Оценка расширенной неопределенности измерений водородного показателя (рН)

Исходные данные:	
Объект измерений	ПГРт
Измеряемая величина	рН
Метод измерений	потенциометрический
Результаты измерений	рН= 6,52 ед. рН, t=22°C

Этап 1. Составление функции измерений

Измеряемая величина рН пробы определяется, согласно функции измерений, по формуле:

$$pH = pH_{изм} , \text{ где}$$

$pH_{изм}$ – показания рН-метра, ед. рН.

Этап 2. Выявление источников неопределенности

При выявлении источников неопределенности функция приобретает следующий вид:

$$pH = pH_{изм} + d + \delta_{кал} + \delta_r + \delta_{п/п}, \text{ где}$$

$pH_{изм}$ - показание рН-метра (погрешность измерения рН-метра), ед. рН

d – дискретность шкалы, ед. рН

$\delta_{кал}$ – поправка на погрешность градуировки рН-метра (допускаемое отклонение значений рН, при проверке градуировки, от значений рН буферных растворов в контрольных точках) , ед. рН

δ_r – поправка на повторяемость измерений (повторяемость) , ед. рН

$\delta_{п/п}$ – подготовка проб

Этап 3. Анализ входных величин

3.1 Стандартная неопределенность величины $pH_{изм}$ рассчитывается на основании информации о пределах основной допускаемой абсолютной погрешности рН-метра в предположении прямоугольного распределения вероятностей. В паспорте на рН-метр указаны пределы основной допускаемой абсолютной погрешности измерения рН (измерительным преобразователем в комплекте с электродной системой в растворах с температурой от 10 °С до 60 °С) $\pm \Delta = \pm 0,050$ ед. рН. Стандартная неопределенность величины $pH_{изм}$ рассчитывается по формуле:

$$u(pH_{изм}) = \Delta / \sqrt{3} = 0,05 / \sqrt{3} = 0,0289$$

Дискретность шкалы рН-метра установлена в технической документации и равна $d = 0,01$ ед. рН. В предположении прямоугольного распределения вероятностей значений дискретности в границх $\pm d/2$ стандартная неопределенность величины d вычисляется по формуле:

$$u(d) = \Delta / 2 \cdot \sqrt{3} = 0,01 / 2 \cdot \sqrt{3} = 0,0087$$

Поправка на разрешающую способность цифрового дисплея рН-метра оценивается как $d = 0$ ед. рН.

Примечание – Неопределенностью измерений, обусловленной разрешающей способностью цифрового дисплея рН-метра можно пренебречь, т.к. данная составляющая неопределенности не превышает 1/3 составляющей, обусловленной основной допускаемой абсолютной погрешностью рН-метра ($0,0289/3 = 0,0096$).

3.2 Поправка на погрешность градуировки рН-метра ($\delta_{кал}$)

Поправка на погрешность градуировки рН-метра оценивается как $\delta_{кал} = 0$ ед. рН.

Стандартная неопределенность измерений величины $\delta_{кал}$ рассчитывается на основании информации о допускаемом отклонении значений рН, при проверке градуировки, от значений рН буферных растворов в контрольных точках $\pm \Delta_k = \pm 0,03$ ед. рН.

Стандартная неопределенность величины $\delta_{кал}$ рассчитывается в

предположении прямоугольного распределения вероятностей в указанных границах по формуле:

$$u(\delta_{\text{кал}}) = \Delta / \sqrt{3} = 0,03 / \sqrt{3} = 0,0173$$

3.3 Поправка на повторяемость измерений (δ_r)

Поправка на повторяемость измерений pH оценивается как $\delta_r = 0$ ед. pH. Стандартная неопределенность измерений величины δ_r рассчитывается на основании информации о стандартном отклонении повторяемости в предположении нормального распределения вероятностей. Для ПГРт в НД указана величина стандартного отклонения $\sigma_r = 0,05$ ед. pH. Стандартная неопределенность величины δ_r рассчитывается по формуле:

$$u(\delta_r) = \sigma_r = 0,05$$

3.4 Поправка на подготовку проб ($\delta_{п/п}$)

Поправка на подготовку проб pH оценивается как $\delta_{п/п} = 0$ ед. pH.

Подготовка пробы в соответствии с требованием МВИ:

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.

Алгоритм подготовки пробы:

- Взвесить навеску пробы массой 100 г на весах с точностью до 0,01 г. (характеристика весов из паспорта: погрешность $\Delta m = \pm 0,1$ г, дискретность $d = 0,01$ г);
- Отмерить 400 см³ дистиллированной воды для разбавления цилиндром на 500 мл (характеристика цилиндра по ГОСТ 1770-74: объем $V = 500$ см³, погрешность $\Delta v = \pm 5,0$ см³ при температуре воды $t = 20^\circ\text{C}$, цена деления (дискретность) $d = 5,0$ см³);
- Приготовление раствора осуществляют в стакане и перемешивают с помощью магнитной мешалки или стеклянной палочки до видимого растворения пробы.

3.4.1 Масса навески ПГРт, m

Значение массы навески ПРГт, m, г, определяется как разность показаний весов при взвешивании стаканчика с навеской пробы и пустого стаканчика.

При выполнении измерения были получены следующие значения выходной величины для двух повторных определений pH: $m_1 = 100,01$ г $m_2 = 100,03$ г

Суммарная стандартная неопределенность измерений массы навески пробы,

$u(m)$, г, оценивается на основании информации о пределах допускаемой погрешности используемых весов $\pm \Delta m = \pm 0,1$ г и дискретности отсчета весов $d = 0,01$ г, установленных в технической документации на весы. В предположении прямоугольного распределения вероятностей значений погрешности и дискретности в границах $\pm \Delta m$ и $\pm d/2$ соответственно и учитывая двойное взвешивание (пустого стаканчика и стаканчика с навеской пробы) стандартная неопределенность $u(m)$ рассчитывается по формуле:

$$u(m) = \sqrt{2 \cdot \left(\left(\frac{\Delta m}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{d}{2\sqrt{3}} \right)^2 \right)} = \sqrt{2 \cdot \left(\left(\frac{0,1}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{0,01}{2\sqrt{3}} \right)^2 \right)} = 0,0821$$

3.4 Объем дистиллированной воды, израсходованный на приготовление пробы, V

Значение величины V , см^3 определяется по шкале цилиндра номинальной вместимостью 500 см^3 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74. При подготовке пробы был отмерен объем $V = 400 \text{ см}^3$.

Суммарная стандартная неопределенность измерений объема $u(V)$, см^3 состоит из следующих основных вкладов:

- стандартная неопределенность, обусловленная погрешностью измерения объема цилиндром, $u(V_{\Delta})$, см^3 ;
- стандартная неопределенность, обусловленная ценой наименьшего деления шкалы используемого цилиндра, $u(V_c)$, см^3 ;
- стандартная неопределенность, обусловленная отличием температуры, при которой проводятся измерения, от температуры, при которой нормируется погрешность измерения объема цилиндра, $u(V_t)$, см^3 .

Стандартная неопределенность $u(V_{\Delta})$, см^3 , рассчитывается на основании информации о пределах погрешности измерения объема цилиндром $\pm \Delta V = 5,0 \text{ см}^3$, установленных ГОСТ 1770-74 в предположении треугольного распределения погрешности в установленных пределах по формуле:

$$u(V_{\Delta}) = \frac{\Delta V}{\sqrt{6}} = \frac{5,0}{\sqrt{6}} = 2,041 \text{ см}^3$$

Стандартная неопределенность $u(V_c)$, см^3 , рассчитывается на основании информации о цене наименьшего деления шкалы используемого см^3 , в предположении прямоугольного распределения вероятностей цены деления в пределах $\pm d_v/2$ по формуле:

$$u(V_c) = \frac{d_V}{2\sqrt{6}} = \frac{5,0}{2\sqrt{6}} = 1,021 \text{ см}^3$$

Стандартная неопределенность $u(V_t)$, см^3 , рассчитывается в предположении прямоугольного распределения исходя из возможных пределов изменения объема жидкости при условии колебания температуры в лаборатории при измерении в пределах $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ ($\Delta t = 2^\circ\text{C}$) и коэффициента объемного расширения жидкости α , равного $0,00021^\circ\text{C}$ для воды (основное вещество в растворе) по формуле:

$$u(V_t) = \frac{V \cdot \alpha \cdot \Delta t}{\sqrt{3}} = \frac{400 \cdot 0,00021 \cdot 2}{\sqrt{3}} = 0,0970 \text{ см}^3$$

Суммарная стандартная неопределенность измерений объема воды, отмеренной при приготовлении пробы, $u(V)$, см^3 вычисляется путем суммирования стандартных неопределенностей перечисленных величин по формуле:

$$u_c(V) = \sqrt{u^2(V_A) + u^2(V_c) + u^2(V_t)} = \sqrt{2,041^2 + 1,020^2 + 0,0941^2} = 2,284 \text{ см}^3$$

Стандартная неопределенность измерений величины $\delta_{п/п}$ рассчитывается через ОСКО по формуле:

$$u_c(п/п) = \sqrt{\left(\left(\frac{uc(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{uc(V)}{V}\right)^2\right)} = \sqrt{\left(\left(\frac{0,082}{100,1}\right)^2 + \left(\frac{2,284}{400}\right)^2\right)} = 0,0058$$

Примечание — Для оценивания суммарной стандартной неопределенности $u_c(п/п)$ используются измеренные значения, полученные для первой навески.

3.5 Анализ корреляций

Все входные величины рассматриваются как некоррелированные.

Этап 4. Расчет суммарной стандартной неопределенности

4.1 Измеренное значение величины рН пробы ПГРт составляет:

$$pH = pH_{изм} + d + \delta_{кал} + \delta_r + \delta_{п/п} = 6,52 + 0 + 0 + 0 + 0 = 6,52 \approx 6,5 \text{ ед. pH}$$

4.2 Суммарная стандартная неопределенность измерений величины pH рассчитывается по формуле (правило 1, п. 3):

$$u_c(\text{pH}) = \sqrt{u^2(\text{pH}_{\text{изм}}) + u^2(d) + u^2(\delta_{\text{кал}}) + u^2(\delta_r) + u^2(\delta_{\text{п/п}})}$$

$$= \sqrt{0,0289^2 + 0,0086^2 + 0,0173^2 + 0,05^2 + 0,00577^2} = 0,0612$$

Бюджет неопределенности

Величина X_i	Значение величины	Единицы измерений	Тип неопределенности	Стандартная неопределенность $u(X_i)$,	Вклад в неопределенность	Процентный вклад, %
$\text{pH}_{\text{изм}}$	6,52	ед. pH	B	0,0289	0,0289	26,1
d	0	ед. pH	B	0,0086	0,0086	7,8
$\delta_{\text{кал}}$	0	ед. pH	B	0,0173	0,0173	15,6
δ_r	0	ед. pH	A	0,05	0,05	45,2
$\delta_{\text{п/п}}$	0	-	B	0,00577	0,00577	5,2
				0,1106		100,0

Вклад в неопределенность от i -ой входной величины в бюджет неопределенности рассчитывается как отношение стандартной неопределенности каждой величины $u(X_i)$, умноженной на 100, к сумме стандартных неопределенности $\sum u(X_i)$.

Этап 5. Расширенная неопределенность

5.1 Расширенная неопределенность измерений pH получается умножением суммарной стандартной неопределенности $u_c(\text{pH})$ на коэффициент охвата k , который выбирается равным 2 при уровне доверия приблизительно 95 % в предположении нормального распределения вероятностей измеряемой величины:

$$U = k \cdot u_c(\text{pH}) = 2 \cdot 0,0612 = 0,122 \approx 0,1 \text{ ед. pH}$$

5.2 Результат измерений:

«pH ПГРт составляет $(6,5 \pm 0,1)$, где число, следующее за знаком $\pm$, является

численным значением расширенной неопределенности, которая получена умножением суммарной стандартной неопределенности на коэффициент охвата $k = 2$, основанный на предполагаемом нормальном распределении, и определяет интервал, соответствующий вероятности охвата приблизительно 95 %».

$$pH = (6,5 \pm 0,1) \text{ при } P=0,95 \text{ и } k=2$$

Пример 2.

Оценка расширенной неопределенности измерений массовой доли влаги

Исходные данные:	
Объект измерений	XXXXXXXXXX
Измеряемая величина	массовая доля влаги (воды)
Единицы измерения	%
Метод измерений	гравиметрический

Этап 1. Составление функции измерений

Измеряемая величина массовая доля влаги определяется согласно функции измерений по формулам:

$$X = \frac{X_1 + X_2}{2} \cdot F \qquad X_i = \frac{m_{1i} + m_{2i}}{m_i} \cdot 100 = \frac{m_{1i} - m_{2i}}{m_{1i} - m_{Ti}} \cdot 100$$

где:

X_i – массовая доля влаги i -ой пробы, %;

m_1 – масса тары для взвешивания с навеской до высушивания, г;

m_2 – масса тары для взвешивания с навеской после высушивания, г;

m – масса навески, г;

m_T – масса тары для взвешивания, г;

i – номер параллельной пробы, $i = 1, 2$;

F – поправочный множитель, учитывающий допускаемое расхождение между параллельными определениями.

Этап 2. Выявление источников неопределенности

m – масса навески /весы:

- погрешность весов;

- дискретность весов (показания шкалы);
- возможные отклонения массы пробы после высушивания вследствие нечеткого определения в методе испытаний момента, в который масса пробы после высушивания будет являться постоянной величиной.

Этап 3. Анализ входных величин

3.1 Масса навески, m

Значение массы навески, m , г, определяется как разность показаний весов при взвешивании тары с навеской и пустой тары.

При измерении влажности двух проб были получены следующие значения входной величины:

$$m_1(1) = 41,0055 \text{ г}, \quad m_1(2) = 41,3842 \text{ г}.$$

При измерении масса тары с навеской после высушивания были получены следующие значения:

$$m_2(1) = 40,9850 \text{ г}, \quad m_2(2) = 41,3638 \text{ г}.$$

При измерении массы тары были получены следующие значения:

$$m_T(1) = 21,0034 \text{ г}, \quad m_T(2) = 21,3822 \text{ г}.$$

Стандартная неопределенность измерений массы навески, $u(m)$, г, оценивается на основании информации о пределах допускаемой погрешности используемых весов $\pm \Delta m = \pm 0,001$ г в диапазоне измерений от 0,01 до 50 г, и дискретности отсчета весов $d = 0,0001$ г, установленных в технической документации на весы. В предположении прямоугольного распределения вероятностей значений погрешности и дискретности в границах $\pm \Delta m$ и $\pm d/2$ соответственно и учитывая двойное взвешивание (пустого стаканчика и стаканчика с навеской установочного вещества) стандартная неопределенность $u(m)$ рассчитывается по формуле:

$$u(m) = \sqrt{2 \cdot \left(\left(\frac{\Delta_m}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{d}{2\sqrt{3}} \right)^2 \right)} = \sqrt{2 \cdot \left(\left(\frac{0.001}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{0.0001}{2\sqrt{3}} \right)^2 \right)} = 0.00082$$

3.2 Масса тары, m_T и масса тары с навеской после высушивания, m_2

Стандартные неопределенности $u(m_m)$ и $u(m_2)$, обусловленные отклонениями массы тары для взвешивания после высушивания и массы пробы после высушивания вследствие определения в методе испытаний момента, в который масса пробы после высушивания будет являться

ГОСТ Р

постоянной величиной, можно определить на основании информации о том, что разность между двумя последующими взвешиваниями тары для взвешивания после сушки не должна превышать, например $\pm 0,002$ г (информация из НД). Принимаем $\pm 0,002$ г в качестве границ прямоугольного распределения.

Стандартные неопределенности $u(m_m)$ и $u(m_2)$ в этом случае будут равны стандартному отклонению, рассчитанному на основании указанного интервала по формуле:

$$u(m_T) = \frac{0,002}{\sqrt{3}} = 0,00115$$

А суммарные стандартные неопределенности $u_c(m_m)$ и $u_c(m_2)$ от двух вкладов будут равны:

$$u_c(m_T) = u_c(m_2) = \sqrt{u^2(m) + u^2(m_T)} = \sqrt{0,00082^2 + 0,00115^2} = 0,0014$$

3

.3 Поправочный множитель, учитывающий допускаемое расхождение между параллельными определениями, F.

Значение оценки величины принимается равным единице: $F = 1$.

Стандартная неопределенность поправочного множителя рассчитывается на основании информации о допускаемом расхождении между параллельными определениями влажности, приведенными в НД. Например, приведенное допускаемое относительное расхождение составляет $r = 20$ % и рассматривается как 95-% доверительный интервал для разности двух оценок величины, распределенной по нормальному закону распределения.

Стандартная неопределенность поправочного множителя будет равна стандартному отклонению, рассчитанному на основании указанного интервала, с учетом того, что за результат измерения принимают среднее арифметические определений двух параллельных проб, по формуле:

$$u(F) = \frac{r}{100 \cdot 1,96 \cdot \sqrt{2}} = 0,0722$$

3.4 Анализ корреляций

Все входные величины рассматриваются как некоррелированные, поскольку получены независимо друг от друга в различных экспериментах.

Этап 4. Расчет суммарной стандартной неопределенности

4.1 Массовая доля влаги i -ой пробы рассчитывается по формуле:

$$X_1 = \frac{m_{1(1)} - m_{2(1)}}{m_{1(1)} - m_{T(1)}} \cdot 100 = \frac{41,0055 - 40,9850}{41,0055 - 21,0034} \cdot 100 = 0,1025\%$$

$$X_2 = \frac{m_{1(2)} - m_{2(2)}}{m_{1(2)} - m_{T(2)}} \cdot 100 = \frac{41,3842 - 41,3638}{41,3842 - 21,3822} \cdot 100 = 0,1020\%$$

4.2 Массовая доля влаги X вычисляется:

$$X = \frac{X_1 + X_2}{2} \cdot F = \frac{0,1025 + 0,1020}{2} \cdot 1 = 0,1022\%$$

4.3 Стандартную неопределенность измеряемой величины X получаем по закону распространения неопределенностей путем суммирования квадратов произведений стандартных неопределенностей всех влияющих величин, входящих в функции измерений, на соответствующие коэффициенты чувствительности:

$$u(X) = \sqrt{c_1^2 u^2(m_1) + c_2^2 u^2(m_2) + c_3^2 u^2(m_T) + c_4^2(F)}$$

, где

коэффициенты чувствительности c_1 , c_2 , c_3 и c_4 рассчитываются как частные производные функции измерений по входным величинам:

$$c_1 = \frac{100 \cdot (m_2 - m_T)}{(m_1 - m_T)^2} = \frac{100 \cdot (40,9850 - 21,0034)}{(41,0055 - 21,0034)^2} = 4,994 \text{ } ^{-1}$$

$$c_2 = \frac{-100}{m_1 - m_T} = \frac{-100}{41,0055 - 21,0034} = -4,999 \text{ } ^{-1}$$

$$c_3 = \frac{100 \cdot (m_1 - m_2)}{(m_1 - m_T)^2} = \frac{100 \cdot (41,0055 - 40,9850)}{(41,0055 - 21,0034)^2} = 0,000512^{-1} \quad c_4 = X = 0,1022\%$$

Примечание – Коэффициенты чувствительности рассчитываются на основании результатов измерений масс для первой пробы.

Суммарная стандартная неопределенность составит

$$u_c(X) = \sqrt{4,994^2 \cdot 0,00082^2 + (-4,999)^2 \cdot 0,0014^2 + 0,0051^2 \cdot 0,0014^2 + 0,1022^2 \cdot 0,072^2} = 0,0110\%$$

4.4 Бюджет неопределенности

Величина	Значение величин	Ед. изм.	Тип неопределенности	Стандартная неопределенность $u(X_i)$,	Коэффициент чувствительности, c_i	Процентный вклад, %
m1	41,0055		В	0,00082	4,994	0,0041
	40,9850	г				
m2	41,3842		В	0,0014	-4,999	-0,0071
	41,3638	г				
mT	21,0034		В	0,0014	0,0051	0,000007
	21,3822	г				
F	1	-	A	0,0722	0,1022	0,00738
	0,1025					

						ГОСТ Р
X_i	0,10 20	%	-	-	-	-
X	0,10 22	%	-	0,0110		

Вклад в неопределенность от i -ой входной величины рассчитывается как произведение стандартной неопределенности этой величины на соответствующий коэффициент чувствительности.

Этап 5. Расширенная неопределенность

5.1 Расширенная неопределенность измерений массовой доли влажности U , получается умножением суммарной стандартной неопределенности $u_c(X)$, на коэффициент охвата k , который выбирается равным 2 при уровне доверия приблизительно 95 % в предположении нормального распределения вероятностей измеряемой величины:

$$U = k \cdot u_c(X) = 2 \cdot 0,0110 = 0,0220$$

5.2 Результат измерений

«Массовая доля влаги составляет $(0,1022 \pm 0,0154)$ %, где число, следующее за знаком $\pm$, является численным значением расширенной неопределенности, которая получена умножением суммарной стандартной неопределенности на коэффициент охвата $k = 2$, основанный на предполагаемом нормальном распределении, и определяет интервал, соответствующий вероятности охвата приблизительно 95 %».

$$X = (0,1022 \pm 0,0220) \text{ при } P=0,95 \text{ и } k=2$$

Приложение В
(справочное)
Обеспечение достоверности результатов лабораторной деятельности
Внутрилабораторный контроль качества

1. Целью внутреннего контроля качества результатов исследований является обеспечение необходимой точности результатов текущего анализа и экспериментальное подтверждение лабораторией своей технической компетентности.

1.1 Этапы контроля:

- оперативный контроль процедуры анализа;
- статистический контроль стабильности результатов анализа.

1.2 Оперативный контроль процедуры анализа осуществляет исполнитель анализа с целью проверить готовность лаборатории к проведению анализа или оперативно оценить качество результатов исследований серии рабочих проб, полученных одновременно с результатами контрольных измерений.

1.2.1 Оперативный контроль процедуры анализа проводится:

- при выявлении факторов, которые могут влиять на стабильность процесса анализа (использование нового СИ или после ремонта, смена оператора и пр.);
- если проведение процедур измерений оперативного контроля качества предусмотрено требованиями МВИ.

2. Статистический контроль

Контроль стабильности результатов анализа проводят в целях подтверждения лабораторией компетентности в обеспечении качества выдаваемых результатов анализа и оценки деятельности лаборатории в целом.

Контроль стабильности результатов анализа проводят с использованием контрольных карт Шухарта (ККШ) с применением образцов для контроля, методом добавок или с применением результатов рабочих проб.

При контроле стабильности в течение временного диапазона (не менее 1 года) выполняют контрольные измерения определяемого показателя. Рекомендуемое число контрольных процедур $L \geq 20$.

Результаты оценки характеристики погрешности результатов анализа, полученных при реализации контроля стабильности результатов с использованием ККШ, анализ и интерпретация данных ККШ является основанием для приостановки процесса испытаний (при необходимости) и проведения корректирующих мероприятий (действий).

3. Построение контрольных карт Шухарта с применением рабочих проб.

3.1 Расчет результатов контрольных процедур, нормативов контроля пределов действия и предупреждения, средней линии) при построении ККШ.

3.1.1 Расчет результатов контрольных процедур и нормативов контроля при построении ККШ для контроля повторяемости

Получить результаты единичных измерений $X_1...X_n$ рабочих проб (переменный фактор: разные операторы или время).

Результат контрольной процедуры рассчитать по формуле:

$$W_r = \frac{200 \cdot |X_1 - X_2|}{|X_1 + X_2|}$$

Рассчитать нормативы контроля по формулам:

- средняя линия: $r_{cp} = a_n \cdot \sigma_r$

- предел предупреждения: $r_{np} = A_{1,n} \cdot \sigma_r$

- предел действия: $r_d = A_{2,n} \cdot \sigma_r$,

где a_n , $A_{1,n}$, $A_{2,n}$ – значения коэффициентов из таблицы

n	a_n	$A_{1,n}$	$A_{2,n}$
2	1.128	2.834	3.686
3	1.693	3.469	4.358
4	2.059	3.819	4.698
5	2.326	4.054	4.918

3.1.2 Расчет результатов контрольных процедур и нормативов контроля при построении ККШ для контроля внутрилабораторной прецизионности (воспроизводимости)

Получить результаты контрольных измерений X_1 и X_2 рабочих проб (переменный фактор: разные операторы или время).

Результат контрольной процедуры рассчитать по формуле:

$$W_{R_L} = \frac{200 \cdot |X_{L1} - X_{L2}|}{|X_{L1} + X_{L2}|}$$

где X_{Lj} – результаты контрольных измерений

L – число контрольных процедур

Рассчитать нормативы контроля по формулам:

ГОСТ Р

- средняя линия: $R_{лср} = a_2 \cdot \sigma_{Рл}, \quad a_2 = 1.128$
 - предел предупреждения: $R_{лпр} = A_{1,2} \cdot \sigma_{Рл}, \quad A_{1,2} = 2,843$
 - предел действия: $R_{лд} = A_{2,2} \cdot \sigma_{Рл}, \quad A_{2,2} = 3,686$
- где $a_n, A_{1,n}, A_{2,n}$ – значения коэффициентов из таблицы.

3.1.3 Внести на карту нормативы контроля (среднюю линию, предел действия, предел предупреждения) на определяемый показатель и наносить контрольные точки на карту по мере получения результатов измерений в хронологическом порядке. Карты можно строить как в абсолютных, так и в относительных единицах. Допускается построение ККШ в электронном формате Excel.

3.1.4 Результаты контрольных измерений, результаты контрольных процедур, нормативы контроля, выводы оперативного реагирования на результаты контроля внести в таблицу 1. Выводы в таблице 1 о несоответствии результата контрольной процедуры пределу действия или предупреждения указать в виде: «сверх предела действия», «сверх предела предупреждения». В разделе таблицы 1 «Результаты интерпретации данных контрольных карт, требующие корректирующих действий...» указать выявленную ситуацию несоответствия.

3.1.5 Анализ данных ККШ и их интерпретация

Анализ данных ККШ, построенных по результатам контрольных процедур за временной диапазон, проводится с целью отследить динамику изменения стабильности процесса и интерпретацию ККШ.

3.1.5.1. Сигналом к возможному нарушению стабильности процесса измерений служит появление на ККШ одной из следующих ситуаций:

1. одна точка вышла за предел предупреждения;
2. одна точка вышла за предел действия;
3. девять точек подряд находятся по одну сторону от средней линии;
4. шесть возрастающих или убывающих точек подряд;
5. две из трех последовательных точек вышли за пределы предупреждения;
6. четыре из пяти последовательных точек вышли за половинные границы зоны предупреждения;
7. восемь последовательных точек находятся по обеим сторонам средней линии и все эти точки вышли за половинные границы зоны предупреждения.

3.1.5.2. При появлении одной из вышеперечисленных ситуаций процесс измерений необходимо приостановить, выяснить причины сложившейся ситуации и

осуществить корректирующие мероприятия.

3.1.6 По окончании установленного временного диапазона провести оценку характеристик погрешности результатов измерений по результатам контрольных процедур.

3.2 Оценка характеристик погрешности результатов измерений по результатам контрольных процедур за установленный временной диапазон

3.2.1 Оценка характеристики повторяемости

3.2.1.1 На основе результатов контрольных процедур, рассчитанных и полученных в течение временного диапазона при построении одной ККШ рассчитать оценку показателя повторяемости S_{ri} формуле:

$$S_{ri} = \frac{\sum_{l=1}^L W_{ri}}{La_2}$$

где W_{ri} – результат контрольной процедуры для контроля повторяемости (п. 3.1.1.);

$a_2 = 1.128$;

L - число контрольных процедур.

3.2.1.2. Принять $S_{ri} \approx \sigma_{rm}$.

3.2.1.3. Оцененное значение σ_{rm} сравнить с показателем повторяемости σ_r :

- если $\sigma_{rm} < \sigma_r$, то для следующего временного диапазона принять показатель повторяемости, установленный ранее. ККШ строить с установленными ранее границами регулирования;

- если $\sigma_{rm} > \sigma_r$, то процесс приостановить, выяснить причины сложившейся ситуации и осуществить корректирующие мероприятия.

3.2.2 Оценка характеристики внутрилабораторной прецизионности (воспроизводимости)

3.2.2.1. На основе результатов контрольных процедур, рассчитанных и полученных в течение временного диапазона при построении одной ККШ рассчитать оценку показателя внутрилабораторной прецизионности (воспроизводимости) S_{Rl} по формуле:

$$S_{Rl} = \frac{\sum_{l=1}^L W_{Rl}}{La_2}$$

где: W_{Rl} – результат контрольной процедуры для контроля

ГОСТ Р

внутрилабораторной прецизионности (воспроизводимости) (п. 3.1.2.);

$a_2 = 1.128$;

L - число контрольных процедур.

3.2.2.2. Принять $S_{Rл} \approx \sigma_{Rм}$

3.2.2.3. Оцененное значение $\sigma_{Rм}$ сравнить с показателем внутрилабораторной прецизионности (воспроизводимости) $\sigma_{Rл}$:

- если $\sigma_{Rм} < \sigma_{Rл}$, то для следующего временного диапазона принять показатель внутрилабораторной прецизионности (воспроизводимости), установленный ранее.

ККШ строить с установленными ранее границами регулирования;

- если $\sigma_{Rм} > \sigma_{Rл}$, то процесс приостановить, выяснить причины сложившейся ситуации и осуществить корректирующие мероприятия.

3.2.3 Проведенную оценку характеристик погрешности результатов измерений по результатам контрольных процедур за установленный временной диапазон оформить в виде протокола.

Пример:

Расчет результатов контрольных измерений и нормативов контроля при построении ККШ с применением рабочих проб

НД
показатель
диапазон
метрологические
характеристики

ГОСТ Р
58426
плавящая
способность
0,50-8,0 мг/мЗ

показатели		отн., %		отн., %
повторяемости	r	21	σ_r	8
прецизионности (воспроизводимости)	σ_R	15	$\sigma_{Rл}$	13

L	X11	X21	X/1	Wr1	X12	X22	X/2	Wr2	WRл
1	5,52 5	5,294	5,410	4,3	5,343	5,10 1	5,222	4,6	3,5
2	5,08 5	5,119	5,102	0,7	5,188	4,71 1	4,950	9,6	3,0
3	4,22 5	4,825	4,525	13, 3	5,463	5,45 2	5,458	0,2	18,7
4	5,08 9	4,945	5,017	2,9	5,821	5,57 4	5,698	4,3	12,7

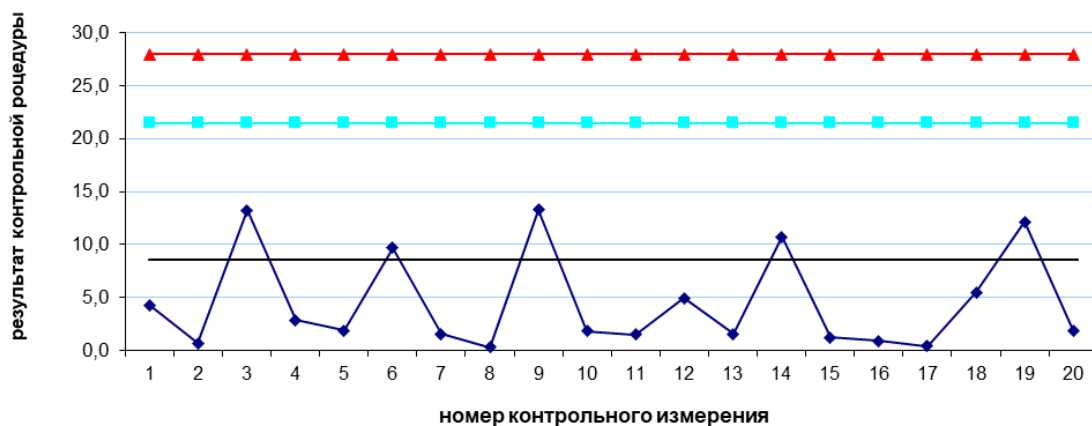
ГОСТ Р									
5	5,12 0	5,218	5,169	1,9	5,089	4,71 3	4,901	7,7	5,3
6	5,18 5	4,706	4,946	9,7	5,993	5,28 4	5,639	12,6	13,1
7	5,20 5	5,124	5,165	1,6	5,745	5,39 6	5,571	6,3	7,6
8	5,41 1	5,393	5,402	0,3	5,363	4,91 3	5,138	8,8	5,0
9	5,66 8	4,962	5,315	13, 3	6,071	6,77 8	6,425	11,0	18,9
10	5,63 2	5,530	5,581	1,8	5,865	6,10 8	5,987	4,1	7,0
11	4,99 0	4,915	4,953	1,5	6,771	5,62 3	6,197	18,5	22,3
12	5,53 5	5,816	5,676	5,0	4,442	5,11 2	4,777	14,0	17,2
13	5,62 2	5,711	5,667	1,6	5,663	6,14 7	5,905	8,2	4,1
14	5,17 7	5,765	5,471	10, 7	6,447	6,98 4	6,716	8,0	20,4
15	5,05 3	5,115	5,084	1,2	5,221	4,71 2	4,967	10,2	2,3
16	5,03 5	4,990	5,013	0,9	3,698	4,44 8	4,073	18,4	20,7
17	4,89 0	4,910	4,900	0,4	5,447	5,32 1	5,384	2,3	9,4
18	4,75 6	4,502	4,629	5,5	6,111	5,55 7	5,834	9,5	23,0
19	6,86 5	6,078	6,472	12, 2	4,992	5,33 2	5,162	6,6	22,5
20	5,47 5	5,373	5,424	1,9	6,125	5,22 7	5,676	15,8	4,5

Расчет нормативов контроля

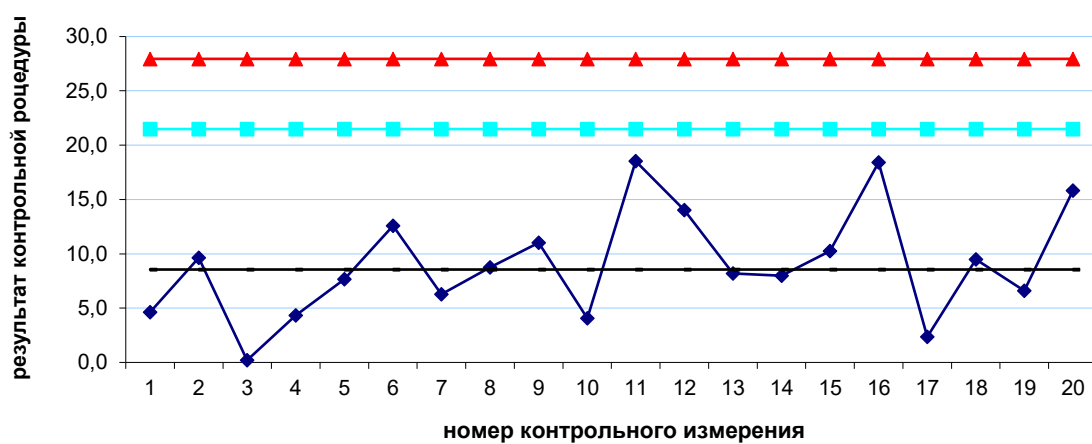
предел предупреждения		предел действия		средняя линия	
гпр	Рлпр	гд	Рлд	гср	Рлср
21,5	35,7	27,9	46,4	8,6	14,2

Построение ККШ

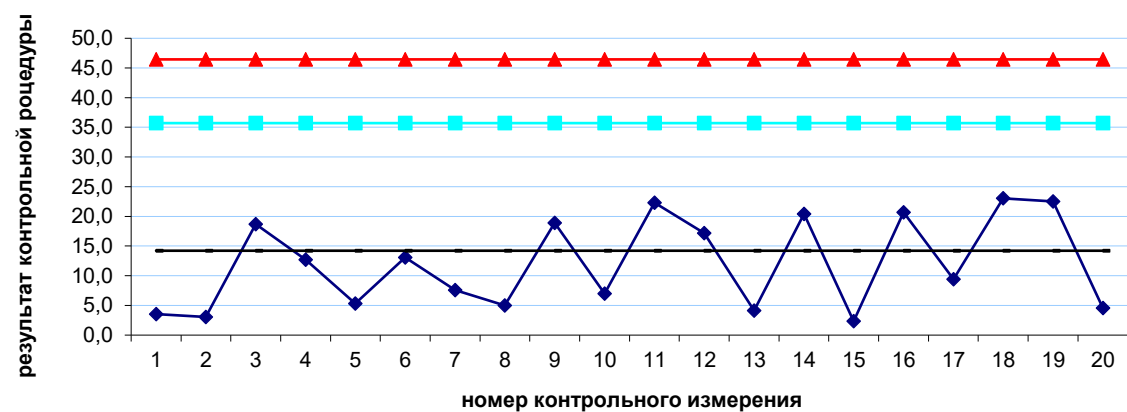
ККШ для контроля повторяемости (1)



ККШ для контроля повторяемости (2)



ККШ для контроля внутрилабораторной прецизионности



—♦— результат контрольной процедуры

—■— предел предупреждения

—▲— предел действия

— — средняя линия

Оценка характеристик повторяемости и внутрилабораторной
прецизионности
(воспроизводимости) результатов анализа

L	σ_{rm1}	σ_{rm2}	σ_r	SRл	σ_{Rm}	$\sigma_{Rл}$
20	4,0	8,0	8	10,7	10,7	13

ВЫВОД

т.к. $4,0 \leq 8$

и $8,0 \leq 8$

то для следующего временного диапазона принять
показатель
повторяемости установленный
ранее

т.к. $10,7 \leq 13$

то для следующего временного диапазона принять
показатель
внутрилабораторной прецизионности
установленный ранее

Библиография**Библиография**

- [1] ТУ 6-09- Филтры обеззоленные
1678-95 (белая, красная, синяя
лента)

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

Руководитель разработки:
Руководитель аппарата Ассоциации

А.Ю. Климентова

Ответственный исполнитель

О.А. Толстикова

