

DB13

河北省地方标准

DB13/T 1411—2017

代替 DB13/T 1411-2011

公路融雪剂

Road using snow melting agent

2017-05-17 发布

2017-08-01 实施

河北省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准代替DB13/T 1411-2011《公路融雪剂》。

本标准由河北省交通运输厅提出并归口。

本标准起草单位：河北省道路结构与材料工程技术研究中心。

本标准主要起草人：郭晓华、周焯、王庆凯、何勇海、赵翠、李娟、任妍妍、曹睿、陈燕、胡艳民、李彪、杜丽娟、刘雄伟、马跃、周健、桂增俭。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

--DB13/T 1411-2011。

公路融雪剂

1 范围

本标准规定了融雪剂的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、包装、标识、运输和储存要求。

本标准适用于各等级公路和公路构造物的融雪类产品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 699 优质碳素结构钢 技术条件
- GB/T 2430 航空燃料冰点测定法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 18175 水处理剂缓蚀性能的测定 旋转挂片法
- GB/T 23942 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则
- JTG E30 公路工程水泥及水泥混凝土试验规程
- JTG E60 公路路基路面现场测试规程
- SL 327.1 水质 砷的测定 原子荧光光度法
- SL 327.2 水质 汞的测定 原子荧光光度法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

融雪剂

具有降低水的冰点，促使冰雪融化的化工产品。

3.2

使用浓度

融雪剂实际使用时溶液的质量百分比浓度（%）。

3.3

融冰能力

在规定温度下，一定量的融雪剂溶液在规定时间内将冰融化成水的能力。

3.4

DB13/T 1411—2017

溶解速度

在规定条件下，将200g固体融雪剂溶于1000mL水中，融雪剂全部溶解所需的时间。

4 分类及技术要求

4.1 分类

根据物理形态不同，融雪剂分为固体播撒类和液体喷洒类。固体播撒类需造粒，液体喷洒类包括液体融雪剂和配制成溶液使用的固体颗粒融雪剂。

根据冰点不同，融雪剂分为 I 型和 II 型。

根据氯离子含量不同，融雪剂分为氯化物类和非氯化物类。

4.2 技术要求

表 1 公路融雪剂技术指标

序号	项目		技术指标	试验方法条款
1	气味		无刺激性气味	—
2	性状		粉状：易于溶化	—
			粒状：粒度 2~10 mm 的颗粒不小于 80%	5.1
			液体：均一流体（不应分层或有沉淀物）	—
3	氯离子含量 (w/%)	氯化物类	0.3~70.0	5.2
		非氯化物类	≤0.3	5.2
4	pH 值		6.5~9.0	5.3
5	固体融雪剂水不溶物 (%)		≤5	5.4
6	固体融雪剂含水率 (%)		≤5	5.5
7	冰点 (°C)	I 型	-20.0≤冰点<-15.0	5.6
		II 型	冰点<-20.0	5.6
8	融冰能力 (mL)		≥7	5.7
9	溶解速度 (s)		≤190	5.8
10	金属碳钢腐蚀速率 (mm/a)		≤0.18	5.9
11	水泥混凝土腐蚀	水泥混凝土质量腐蚀 (%)	≤1.0	5.10
		水泥混凝土强度腐蚀 (%)	≤5.5	5.11
12	重金属含量	汞 (w/%)	≤0.0001	5.12
		镉 (w/%)	≤0.0005	5.12
		铬 (w/%)	≤0.0015	5.12
		铅 (w/%)	≤0.0025	5.12

表 1 公路融雪剂技术指标 (续)

序号	项目		技术指标	试验方法条款
12	重金属含量	砷 (w/%)	≤0.0005	5.12
注1: 氯离子含量及 pH 值测定均采用溶液试验浓度为 1%, 其他试验中融雪剂溶液的浓度采用使用浓度, 在使用浓度不确定时, I 型融雪剂采用 19%、II 型融雪剂采用 29%来配制。 注2: 浓度指重量比, 溶剂为蒸馏水。 注3: 序号 3、4、7、8 为必须检测项目。				

5 试验方法

5.1 性状

固体融雪剂粒径用分样筛筛分检测。

5.1.1 目的和适用范围

适用于固体融雪剂粒径筛分。

5.1.2 仪器设备

- a) 标准筛: 孔径为 2mm、10mm 圆孔筛;
- b) 天平: 称量 2000g, 感量 0.01g。

5.1.3 试验步骤

用四分法取具有代表性的融雪剂试样 300g (m_1), 准确至 0.01g, 置于 10mm 和 2mm 的套筛上进行手筛, 直到每分钟的筛出量不超过筛上剩余量的 0.1% 时为止, 称取 10mm 和 2mm 筛之间融雪剂的质量 (m_2), 准确至 0.01g。

5.1.4 结果计算

$$P = m_2 / m_1 \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中:

- P—粒度 2~10mm 颗粒含量占总质量的百分数, %;
- m_1 —融雪剂总质量, g;
- m_2 —粒度 2~10mm 融雪剂的颗粒含量, g。

5.2 氯离子含量

5.2.1 试剂

- a) 硝酸溶液: 浓度 0.05mol/L。称取 3.15g 硝酸溶液置于 100ml 的蒸馏水中, 定容至 1L;
- b) 氢氧化钠溶液: 浓度 0.05 mol/L。称取 2g 氢氧化钠溶于蒸馏水中, 定容至 1L;
- c) 铬酸钾溶液: 浓度 50 g/L。称取 5g 铬酸钾 (K_2CrO_4) 溶于少量蒸馏水中, 滴加硝酸银溶液至有红色沉淀生成。摇匀, 静置 12h 后过滤并用蒸馏水将滤液定容至 100mL;

DB13/T 1411—2017

d) 硝酸银标准滴定溶液：浓度 0.1 mol/L。准确称取 17g 硝酸银，用蒸馏水溶解，放入 1L 棕色容量瓶中稀释至刻度，摇匀；

e) 硝酸银标准溶液浓度的标定方法：

用氯化钠标准溶液标定硝酸银溶液浓度，氯化钠溶液：C(NaCl) = 0.0141 mol/L，相当于 500 mg/L 氯化物含量；将氯化钠置于瓷坩埚内，在 500~600℃ 下灼烧 40~50 min。在干燥器中冷却后称取 8.2400 g，溶于蒸馏水中，在容量瓶中稀释至 1000 mL、用吸管吸取 10.0 mL，在容量瓶中准确稀释至 100 mL，此为氯化钠标准溶液。

标定方法：用吸管准确吸取 25.00 mL 氯化钠标准溶液于 250 mL 锥形瓶中，加蒸馏水 25 mL。另取一锥形瓶，量取蒸馏水 50 mL 做空白。各加入 1 mL 铬酸钾溶液，在不断地摇动下用硝酸银标准溶液滴定至砖红色沉淀刚刚出现为终点。计算每毫升硝酸银溶液所相当的氯化钠的量。计算公式为：

$$C = V_{\text{NaCl}} \times C_{\text{NaCl}} / (V_2 - V_1) \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C——硝酸银标准溶液的准确浓度；

V_{NaCl} ——氯化钠溶液的体积 25 mL；

C_{NaCl} ——氯化钠标准溶液的浓度 0.0141 mol/L；

V_2 ——氯化钠标准溶液消耗的硝酸银标准溶液量 (mL)；

V_1 ——空白消耗的硝酸银标准溶液的量 (mL)。

5.2.2 试验步骤

用移液管移取 10 mL 已配制好的融雪剂溶液，置于 250 mL 锥形瓶中。用 0.05 mol/L 硝酸溶液或 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 6.5~10 之间（用 pH 试纸检验），加入 1 mL 铬酸钾指示剂，用 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液滴定，溶液由淡黄色变为微红色即为终点。记录消耗硝酸银标准滴定溶液的体积 V (mL)。

5.2.3 结果计算

氯离子含量以氯离子的质量分数 ω 计，数值以 % 表示，按下列公式计算：

$$\omega = \frac{V}{1000} \times c \times M \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V ——滴定中消耗硝酸银标准溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

M ——氯离子的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=35.5$)；

m ——10 mL 融雪剂溶液中融雪剂的质量，单位为克 (g)。

5.3 pH 值的测定

5.3.1 试剂和溶液

- a) 标准缓冲溶液；
- b) 蒸馏水，其 pH 以 6.7~9.3 之间为宜。

5.3.2 仪器

- a) 酸度计或离子浓度计。常规检验使用的仪器，至少应精确到 0.1 pH 单位，pH 范围从 0 至 14；
- b) 玻璃电极与甘汞电极。

5.3.3 试验步骤

- a) 仪器校准：按仪器使用说明书进行校准；
- b) 样品测定。

测定样品时，先用蒸馏水认真冲洗电极，再用样品溶液冲洗，然后将电极浸入样品溶液中，小心摇动或进行搅拌使其均匀，静置，待读数稳定时记下pH值。

5.3.4 精密度

当pH值小于6时，重复性误差为±0.1pH单位，再现性误差为±0.2pH单位；当pH值为6-9时，重复性误差为±0.1pH单位，再现性误差为±0.3pH单位；当pH值大于9时，重复性误差为±0.2pH单位，再现性误差为±0.5pH单位。

5.4 固体融雪剂水不溶物

5.4.1 试剂

除另有说明，在分析中使用蒸馏水。

5.4.2 仪器

- a) 恒温干燥箱：能调节温度 110℃±5℃；
- b) 号玻璃砂芯坩埚。

5.4.3 试验步骤

称取10g均匀试样，准确至0.0001g，置于400ml烧杯中，加蒸馏水150ml，在不断搅拌下使试样全部溶解，静置10min后，用垫有定量滤纸的玻璃砂芯坩埚抽滤，倾泻溶液，洗涤不溶物2-3次，然后将不溶物全部转入坩埚中，并洗涤至滤液中无氯离子（用硝酸银溶液检验）。冲洗坩埚外壁，将坩埚置于恒温干燥箱中，升温至110℃，继续干燥1h，取出，移入干燥器中冷却至室温后称量。以后每次干燥30min称量，直至两次称量之差不超过0.0002g视为恒重。

5.4.4 结果计算

试样中水不溶物含量以质量分数w计，数值以百分数（%）表示，按下列公式计算：

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- m_1 —干燥后水不溶物加玻璃砂芯坩埚质量，单位为克(g)；
 m_2 —玻璃砂芯坩埚质量，单位为克(g)；
 m —称取试样质量，单位为克(g)。

5.4.5 精密度

水不溶物含量的重复性允许误差为：水不溶物含量<0.15%时为0.01%；水不溶物含量0.15-0.30%时为0.02%；水不溶物含量>0.30%时为0.03%。

5.5 固体融雪剂含水率

DB13/T 1411—2017

将固体融雪剂放入规定温度的烘箱内烘至恒重,以烘干前和烘干后的质量之差与烘干前的质量之比确定融雪剂的含水率。

5.5.1 仪器

- a) 烘箱: 量程不小于 110℃, 控温精度为 ±2℃;
- b) 天平: 量程不小于 100g, 最小分度值不大于 0.01g。

5.5.2 试验步骤

取清洁干燥的瓷蒸发皿, 称其质量并精确至 0.01g, 称取融雪剂试样约 50g, 精确至 0.01g。将烘箱温度调整到 105℃ ± 2℃, 待烘箱达到设定温度后, 将盛有融雪剂的蒸发皿放入烘箱内烘干 4h, 取出后放在干燥器中冷却至室温后称量, 准确至 0.01g, 当冷却试样连续两次称量的差不超过原试样质量的 0.1% 时, 即认为样品已烘干。

5.5.3 结果计算

含水量按下列公式计算, 计算结果保留至 0.1%:

$$w = \frac{w_1 - w_0}{w_1} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- w —融雪剂的含水量, %;
- w_1 —烘干前试样的质量, 单位为克 (g);
- w_0 —烘干后试样的质量, 单位为克 (g)。

5.6 冰点

5.6.1 试验设备

- a) SYD-2430 型冰点测定仪;
- b) 温度计: 全浸式, 温度范围 -80℃ ~ +20℃。

5.6.2 试验步骤

移取融雪剂溶液, 所取溶液体积要保证搅拌器向上时能够保持在试样液面之下, 按规程 GB/T 2430 的要求进行试验。

当按 GB/T 2430 无法测定时, 按以下步骤测定溶液粘化温度, 按 GB/T 2430 使冰点测定仪达到设定温度, 移取 25ml 融雪剂试验溶液放入杜瓦瓶内的双壁试管中, 将温度计的球部置于试液中心。开启试液搅拌器, 使其达到最大振幅。仔细观察溶液状态, 当搅拌器振幅开始降低时, 记录温度, 精确至 0.1℃, 即为粘化温度。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 保留一位小数; 两次平行测定结果的绝对值偏差不大于 0.2℃。

5.7 融冰能力

5.7.1 试验设备

- a) 低温恒温箱;

- b) 低温温度计;
- c) 10 mL 量筒;
- d) 50 mL 烧杯。

5.7.2 试验材料

制备冰块：在两个50 mL相同直径烧杯中各加入15.00 mL水，放入 $-10^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 恒温箱中冷冻3小时，制备形状相同的冰块。

5.7.3 试验方法

取融雪剂溶液20mL (V_0) 在恒温箱 $-10 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 条件下倒入制备的冰块中，30 min后计量液体总体积 ($V_{\text{融雪剂}}$)，融化出水的体积为总体积与融雪剂溶液体积之差，即融冰能力。

5.7.4 试验结果计算

$$K = V_{\text{融雪剂}} - V_0 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- $V_{\text{融雪剂}}$ —— 融雪剂所融的液体总体积，mL；
- V_0 —— 融雪剂溶液体积，mL。

5.8 溶解速度

$20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 条件下，在200g固体融雪剂中加水至1000mL，用电动搅拌器进行搅拌，控制转速为100r/min。直到全部溶解为止，记录全部溶解的时间，精确到1s。

5.9 金属碳钢腐蚀速率

5.9.1 试验设备

- a) 旋转挂片腐蚀试验仪；
- b) 分析天平，精度 0.0001g。

5.9.2 试验特殊要求

- a) 标准腐蚀试片采用 20 号碳钢—GB/T 699-1999；
- b) 采用使用浓度配制的融雪剂溶液；
- c) 溶液体积与试片面积比 (24-26) mL/cm²；
- d) 试验温度 (40 ± 1) $^{\circ}\text{C}$ ；
- e) 试片线速度 (0.35 ± 0.01) m/s；
- f) 试验周期 48 h；
- g) 试验溶液中不通空气。

5.9.3 金属碳钢腐蚀速率按 GB/T 18175-2000 进行试验。结果以 mm/a 表示，即年平均腐蚀深度。以 3 个金属片进行平行试验结果的算术平均值为测定结果，单个结果与算术平均值的相对偏差不超过 10%。

5.10 水泥混凝土的腐蚀

5.10.1 试验设备

- a) 快速冻融试验装置;
- b) 台秤: 称量 10kg, 感量 5g 或称量 20kg, 感量 10g;
- c) 混凝土强度试验仪。

5.10.2 试验材料

按标准方法进行水泥混凝土试件的制作和养护, 水泥混凝土强度为C30, 养护龄期为7天, 要求试件完好、均匀; 试件分成三组备用 (每组个数不少于6个)。

5.10.3 试验方法

5.10.3.1 强度损失试验

按照《公路工程水泥及水泥混凝土试验规程》JTG E30-2005中T0553-2005的试验方法, 取出其中一组试件检查尺寸, 符合要求后进行强度试验, 试件如有蜂窝缺陷, 提前三天用水泥浆抹平, 并在报告中注明。试验时以成型时侧面为上下受压面, 结果计算记为R:

$$R = \frac{P}{A} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- R——混凝土抗压强度 (Mpa) ;
- P——极限荷载 (N) ;
- A——受压面积 (mm²)。

以试件平均值作为冻融前试件抗压强度, 记为R₁, 然后将另外一组试件放入浓融雪剂溶液中进行冻融试验, 冻融共7个循环, 一个循环指冻4个小时, 融20个小时。在冻结和融化终了时试件温度控制在-18±2℃和5±2℃。全部冻融循环结束后进行强度试验试验方法同上, 冻融后试件强度记为R₂, 则强度损失为P:

$$P = \frac{R_1 - R_2}{R_1} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- P——强度损失, %;
- R₁——冻融前试件抗压强度, MPa;
- R₂——冻融后试件抗压强度, MPa。

5.10.3.2 质量损失试验

取其中一组风干表面洁净试件后进行称重, 记为m₀, 然后将试件放入融雪剂溶液中进行冻融试验, 冻融共7个循环, 一个循环指冻4个小时, 融20个小时。在冻结和融化终了时试件温度控制在-18±2℃和5±2℃。全部冻融循环结束后, 对试件风干并洁净表面后进行称重, 记为m₁, 质量损失值为W:

$$W = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

- W——质量损失, %;
- m₀——冻融前风干试件重量, kg;
- m₁——冻融后风干试件重量, kg。

5.11 重金属含量

5.11.1 汞

汞含量测定按SL 327.2的要求进行。

5.11.2 镉

镉含量测定按GB/T 23942的要求进行。

5.11.3 铅

铅含量测定按GB/T 23942的要求进行。

5.11.4 铬

铬含量测定按GB/T 23942的要求进行。

5.11.5 砷

砷含量测定按SL 327.1的要求进行。

6 检验规则

产品检验分出厂检验和型式检验。

6.1 出厂检验

6.1.1 产品经公司质检部门检验合格后，方可出厂。

6.1.2 检验项目

出厂检验包括表1中1~10项。

6.2 型式检验

6.2.1 在下述情况下，应进行型式检验：

- a) 新产品定型鉴定或老产品转型再生产时；
- b) 原材料或生产工艺有较大变动时；
- c) 产品长期停产后恢复再生产时；
- d) 国家质量监督机构提出要求时；
- e) 正常生产时每两年检验一次。

6.2.2 检验项目

型式检验包括表1中全部项目。

每一个出厂批号进行检验，以60T/批为宜，最大批量为500吨，并封存同批号2 kg样品备查。

6.2.3 抽检频率

每一批货或每2吨产品进行一次抽检。

应由收货方和委托的检测单位现场随机抽样。

每次抽样应该抽取三个平行样品。

6.3 采样及制样

6.3.1 样品数量确定

按GB/T 6678-2003中7.6的要求，确定样品数和样品量。固体产品应用塑料采样器从每袋最长对角线插入至袋的四分之三处，取出不少于500g样品，每批采样总量不少于16kg。

6.3.2 固体产品的样品缩分

将采取的样品混匀，用四分法缩分至4 kg。分别装于两个干净的磨塞广口瓶或塑料袋中密封并贴上采样记录标签。一瓶作为产品检验，另一瓶作为备样，一般可保存两个月。

6.3.3 试样制备

将6.3.1中的一瓶（2 kg）样品，采用手工或机械方法粉碎并通过2mm筛，混匀，放入试样瓶，进行检验。未粉碎样品进行粒径和溶解度试验。

6.4 检验标准

融雪剂产品进行检验时，满足检验项目的技术要求，判定该产品合格；必须检测项目有不合格者判定为不合格，其它检测项目有不合格者可进行一次复检，如仍不合格则判定为不合格。

7 产品包装、标识、运输、贮存

7.1 包装

产品应有合格证及使用说明书。

固体产品用塑料编织袋包装、内衬双层塑料袋，必须密封防水。液体产品根据产品要求，由生产厂家自行确定。

7.2 标识

融雪剂包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：

- a) 名称：用“融雪剂”或其他不产生歧义的词汇；
- b) 主要成份（占总量10%以上的成份）：用化学名称或附加分子式表示；
- c) 净含量；
- d) 执行标准编号；
- e) 批号和生产日期；
- f) 生产企业名称、地址和联系方法；

7.3 运输

运输装卸时应轻装轻卸，防止受潮。

7.4 贮存

产品应于阴凉干燥处分类分批贮存。应防止包装破损、产品受潮。

7.5 使用说明

产品说明书应详细说明使用范围和合理、安全使用方法等。

参 考 文 献

- [1] 《道路除冰融雪剂》 GB/T 23851-2009
 - [2] 《融雪剂》 DB11/T 161-2012
-