



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Продукти хімічні технічні

МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ГУСТИНИ РІДИН

ДСТУ 7261:2012

Видання офіційне



ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет стандартизації «Аналіз газів, рідких та твердих речовин» (ТК 122), Державне підприємство «Всеукраїнський державний науково-виробничий центр стандартизації, метрології, сертифікації та захисту прав споживачів» Мінекономрозвитку України («Укрметртестстандарт»)

РОЗРОБНИКИ: В. Гаврилкін; С. Кулик, канд. хім. наук; М. Рожнов, канд. хім. наук (науковий керівник); М. Урда, канд. техн. наук

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Мінекономрозвитку України від 28 листопада 2012 р. № 1354

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 18995.1–73)

Право власності на цей документ належить державі.

Відтворювати, тиражувати та розповсюджувати його повністю або частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.

Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Мінекономрозвитку України

Мінекономрозвитку України, 2013

ЗМІСТ

| | с. |
|--|----------|
| 1 Сфера застосування | 1 |
| 2 Нормативні посилання | 1 |
| 3 Терміни та визначення понять | 2 |
| 4 Вимоги щодо безпеки | 2 |
| 5 Визначення густини рідини з використуванням ареометрів | 2 |
| 5.1 Засоби вимірювання та допоміжні пристрої | 2 |
| 5.2 Методика та правила випробування | 2 |
| 5.3 Правила оформлення результатів випробування | 3 |
| 6 Визначення густини рідини з використуванням пікнометрів | 3 |
| 6.1 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали | 3 |
| 6.2 Готовання до випробовування | 3 |
| 6.3 Методика та правила випробування | 4 |
| 6.4 Правила опрацювання результатів | 4 |
| 6.5 Правила оформлення результатів випробування | 5 |
| Додаток А Методи визначення відносної густини рідких хімічних продуктів | 5 |
| Додаток Б Бібліографія | 9 |

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ПРОДУКТИ ХІМІЧНІ ТЕХНІЧНІ

МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ГУСТИНИ РІДИН

ПРОДУКТЫ ХИМИЧЕСКИЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ ЖИДКОСТЕЙ

INDUSTRIAL CHEMICALS

METHODS FOR DETERMINATION OF DENSITY OF LIQUIDS

Чинний від 2013-03-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на рідкі технічні хімічні продукти та встановлює методи визначення їхньої густини з використуванням ареометрів та пікнометрів.

Стандарт не поширюється на нафтопродукти.

У разі отримання суперечливих результатів метод визначення густини продукту з використуванням пікнометрів вважають арбітражним.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ EN 45501:2007 Прилади неавтоматичні зважувальні. Загальні технічні вимоги та методи випробувань (EN 45501:1992, IDT)

ДСТУ ISO 3696:2003 Вода для застосування в лабораторіях. Вимоги та методи перевіряння (ISO 3696:1987, IDT)

ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій (ISO/IEC 17025:2005, IDT)

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны (ССБП. Загальні санітарно-гігієнічні вимоги до повітря робочої зони)

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия (Реактиви. Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 4220-75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия (Реактиви. Калій двохромовокислий. Технічні умови)

ГОСТ 6755-88 Поглотитель химический известковый ХП-И. Технические условия (Поглинач хімічний вапняний ХП-И. Технічні умови)

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия (Папір фільтрувальний лабораторний. Технічні умови)

ГОСТ 18481-81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия (Ареометри та циліндри скляні. Загальні технічні умови)

ГОСТ 22524-77 Пикнометры стеклянные. Технические условия (Пікнометри скляні. Технічні умови)

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Посуд та обладнання лабораторні скляні. Типи, основні параметри та розміри)

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний (Термометри рідинні скляні. Загальні технічні вимоги. Методи випробування)

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Піпетки градуйовані. Частина 1. Загальні вимоги)

НПАОП 40.1-1.21-98 Правила безпечної експлуатації електроустановок споживачів
НПАОП 73.1-1.11-12 Правила охорони праці під час роботи в хімічних лабораторіях.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

Нижче подано терміни, вжиті в цьому стандарті, та визначення позначених ними понять.

3.1 густина рідини

Відношення визначених у повітрі маси рідини до її об'єму

3.2 відносна густина рідини

Відношення густини рідини до густини дистильованої води за певної температури.

4 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

Під час визначення густини виконують вимоги НПАОП 40.1-1.21 та НПАОП 73.1-1.11, а також вимоги щодо безпеки, наведені в технічній документації на продукт, густину якого вимірюють.

Уміст шкідливих речовин у повітрі робочої зони не повинен перевищувати гранично допустимих концентрацій, установлених згідно з ГОСТ 12.1.005.

До виконання робіт залучають персонал відповідно до вимог ДСТУ ISO/IEC 17025.

5 ВИЗНАЧАННЯ ГУСТИНИ РІДИНИ З ВИКОРИСТОВУВАННЯМ АРЕОМЕТРІВ

5.1 Засоби вимірювання та допоміжні пристрої

Для випробування використовують такі засоби вимірювання та допоміжні пристрої:

- ареометри загальної призначеності з ціною поділки $1 \text{ кг}/\text{м}^3$ ($0,001 \text{ г}/\text{см}^3$) — згідно з ГОСТ 18481 або ареометри для нафти з ціною поділки $0,5 \text{ кг}/\text{м}^3$ ($0,0005 \text{ г}/\text{см}^3$) або $1 \text{ кг}/\text{м}^3$ ($0,001 \text{ г}/\text{см}^3$);
- термометр із ціною поділки $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від $0 \text{ }^\circ\text{C}$ до $50 \text{ }^\circ\text{C}$;
- термостат будь-якого типу, здатний підтримувати температуру $(20,0 \pm 0,1) \text{ }^\circ\text{C}$;
- циліндр скляний з безбарвного скла із внутрішнім діаметром, більшим за діаметр ареометра не менше ніж на 25 мм.

Примітка 1. Ареометр і термометр мають бути повіреними або відкаліброваними в установленому порядку.

5.2 Методика та правила випробування

5.2.1 Якщо в технічній документації на продукт, густину якого визначають (далі — рідина), не зазначено інше, то випробування виконують за таких умов:

- температура навколошнього повітря від $15 \text{ }^\circ\text{C}$ до $25 \text{ }^\circ\text{C}$;
- відносна вологість повітря до 80 %;
- атмосферний тиск від 84 кПа до 106 кПа.

5.2.2 Густину рідин вимірюють ареометрами у такий спосіб.

5.2.2.1 Наповнюють чистий сухий циліндр рідиною так, щоб її рівень не доходив до верхнього краю циліндра на 3—4 см. Циліндр уміщують у термостат зі сталою температурою $(20,0 \pm 0,1) \text{ }^\circ\text{C}$.

Вимірюють температуру рідини, обережно перемішуючи її термометром. Коли температура рідини становитиме $(20,0 \pm 0,1) \text{ }^\circ\text{C}$, циліндр виймають і встановлюють його на рівній поверхні. У циліндр обережно занурюють чистий сухий ареометр, шкала якого відповідає очікуваному значенню густини. Відстань від нижнього кінця ареометра до дна циліндра має бути не менше ніж 3 см.

Ареометр притримують руками доти, доки він не почне плавати, не торкаючись стінок та дна циліндра.

Після припинення коливань ареометра відлічують його покази за нижнім краєм меніска рідини або, у разі використовування ареометрів для нафти, за верхнім краєм меніска. Під час визначення густини стежать, щоб температура рідини залишалася в межах $(20,0 \pm 0,1) \text{ }^\circ\text{C}$ і фіксують значення цієї температури. Наявність рідини на поверхні ареометра вище меніска не дозволено.

Під час відлічування показів око оператора повинне бути на рівні відповідного краю меніска рідини. Після визначення густини повторно вимірюють температуру рідини.

Примітка 2. Способ відліку (за верхнім або за нижнім краєм меніска) зазначають в експлуатаційній документації на ареометр.

5.2.2.2 Повторюють процедуру згідно з 5.2.2.1.

5.2.2.3 Результатом випробування є середнє арифметичне значення результатів двох паралельних визначень густини. Допустимі розходження між ними не повинні перевищувати $1 \text{ кг}/\text{м}^3$ ($0,001 \text{ г}/\text{см}^3$) для ареометрів із ціною поділки $1 \text{ кг}/\text{м}^3$ ($0,001 \text{ г}/\text{см}^3$) та $0,5 \text{ кг}/\text{м}^3$ ($0,0005 \text{ г}/\text{см}^3$) для ареометрів із ціною поділки $0,5 \text{ кг}/\text{м}^3$ ($0,0005 \text{ г}/\text{см}^3$).

5.2.2.4 Характеристики похиби результата вимірювання густини рідин нормують у методиках виконання вимірювання (далі — МВВ), атестованих в установленому порядку.

Примітка 3. Якщо під час повірки чи калібрування ареометра було встановлено поправки до цифрових позначок шкали ареометра, їх ураховують під час визначення результата вимірювання.

5.2.3 Визначати густину летких рідин, яка помітно змінюється упродовж вимірювання з використуванням ареометрів, не дозволено.

5.2.4 Густину мутних, непрозорих та забарвлених у темний колір рідин визначають ареометрами для нафти.

5 ПРАВИЛА ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИПРОБУВАННЯ

5.3 Правила оформлення результатів випробування

Результати випробування оформлюють згідно з вимогами ДСТУ ISO/IEC 17025.

6 ВИЗНАЧАННЯ ГУСТИНИ РІДИНИ З ВИКОРИСТОВУВАННЯМ ПІКНОМЕТРІВ

6.1 Засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали

Для випробування використовують такі засоби вимірювання, допоміжні пристрої, реактиви та матеріали:

- ваги лабораторні класу точності не нижче ніж середній — згідно з ДСТУ EN 45501;
- термостат будь-якого типу, здатний підтримувати температуру $(20 \pm 0,1)^\circ\text{C}$;
- термометр із ціною поділки $0,1^\circ\text{C}$ — згідно з ГОСТ 28498, для вимірювання температури від 0°C до 50°C ;
- пікнометри скляні типу ПЖ-2 та ПЖ-3 номінальною місткістю 5, 10, 25 та 50 см^3 — згідно з ГОСТ 22524 або інші типи пікнометрів, які дають змогу визначати густину (відносну густину) з необхідною точністю (конкретний тип та характеристики пікнометра зазначають у технічній документації на продукт, який випробовують);
- колбу типу Кн — згідно з ГОСТ 25336;
- лійку В-25-38 або В-36-50 ХС — згідно з ГОСТ 25336;
- піпетки будь-якого виконання місткістю 5 см^3 та 10 см^3 — згідно з ГОСТ 29227 (ІСО 835-1);
- воду для застосування в лабораторіях, будь-якого класу — згідно з ДСТУ ISO 3696, підготовану для випробування згідно з 6.2.1;
- трубку хлоркальцієву — згідно з ГОСТ 25336;
- поглинач хімічний вапняний — згідно з ГОСТ 6755;
- калій двохромовокислий — згідно з ГОСТ 4220;
- сірчану кислоту — згідно з ГОСТ 4204;
- суміш хромову;
- ефір діетиловий — згідно з ДФУ [1];
- спирт етиловий ректифікований — згідно з ДСТУ 4221;
- розчинник леткий, який не залишає сухого залишку після випаровування (наприклад, ацетон);
- папір фільтрувальний лабораторний марки ФБ або ФС — згідно з ГОСТ 12026;
- тканину.

Примітка 4. Засоби вимірювання мають бути повіреними або відкаліброваними в установленому порядку.

Примітка 5. Використовують будь-яку м'яку тканину, що не залишає слідів волокон на склі.

6.2 Готовання до випробування

6.2.1 Воду для випробування готовують так.

У конічну колбу вміщують воду для застосування в лабораторіях та кип'ятять її упродовж 20 хв. Воду охолоджують у колбі, яку щільно закорковують. У пробку має бути вставлено хлоркальцієву трубку, заповнену поглиначем хімічним вапняним.

6.2.2 Для готування суміші хромової 5 г калію двохромовокислого розчиняють у 25 см³ води та додають 5 см³ сірчаної кислоти.

6.2.3 Пікнометр перед випробуванням промивають послідовно розчинником (для видалення залишків рідини після попереднього випробування), хромовою сумішшю, водою, спиртом, ефіром, висушують струмом повітря та зважують. Результат зважування в грамах записують із точністю до 0,0001 г.

Висушувати пікнометр нагріванням не дозволено.

6.3 Методика та правила випробування

6.3.1 Умови випробування наведено в 5.2.1.

6.3.2 Випробовування виконують так.

6.3.2.1 Пікнометр заповнюють за допомогою лійки або піпетки вільною від газів водою (далі — вода) приблизно на 1 мм вище позначки (для пікнометра типу ПЖ-2) або до верхнього краю (для пікнометра типу ПЖ-3). Пікнометр закорковують (тільки для типу ПЖ-2) і витримують упродовж 20 хв у термостаті за температури (20,0 ± 0,1) °C.

Пікнометр типу ПЖ-2 витримують у термостаті, зануривши його на таку глибину, щоб рівень рідини в термостаті був на кілька міліметрів вище позначки пікнометра.

Пікнометр типу ПЖ-3 витримують у термостаті, зануривши його на таку глибину, щоб рівень рідини в термостаті був на кілька міліметрів нижче горловини пікнометра.

За температури води в пікнометрі (20,0 ± 0,1) °C рівень води доводять до позначки (для пікнометра типу ПЖ-2), швидко відбираючи надлишок води піпеткою чи згорнутою в трубку смужкою фільтрувального паперу або додаючи в пікнометр воду до позначки. Після цього пікнометр закорковують і витримують у термостаті упродовж 10 хв, перевіряючи положення меніска рідини відносно позначки. За потреби процедуру доведення рівня води в пікнометрі до позначки повторюють.

У разі використовування пікнометра типу ПЖ-3 надлишок води, що виступає з капіляра, обережно видаляють за допомогою фільтрувального паперу.

Коли температура води в пікнометрі досягне (20,0 ± 0,1) °C і рівень води буде доведено до позначки, пікнометр виймають із термостата, витирають зовні досуха тканиною. Результат зважування в грамах записують із точністю до 0,0001 г.

6.3.2.2 Пікнометр звільняють від води, висушують, обполіскуючи послідовно спиртом і ефіром, видаляють залишки ефіру струменем повітря і заповнюють рідиною. Масу пікнометра з рідиною визначають у тій самій послідовності, що й масу пікнометра з водою.

Рівень прозорих і світлих рідин у пікнометрі встановлюють за нижнім краєм меніска, рівень мутних і темних рідин — за верхнім краєм меніска. В останньому випадку рівень води в пікнометрі також установлюють за верхнім краєм меніска.

Примітка 6. Якщо використовують пікнометри іншого типу, то умови випробування має бути зазначено в технічній документації на конкретний продукт.

6.3.2.3 Повторюють процедуру згідно з 6.3.2.1, 6.3.2.2.

6.4 Правила опрацювання результатів

6.4.1 Відносну густину рідини за температури 20 °C ρ_{20}^{20} обчислюють за формулою (1):

$$\rho_{20}^{20} = \frac{m_1 - m_0 + A}{m_2 - m_0 + A}, \quad (1)$$

де m_1 — маса пікнометра з рідиною, г;

m_0 — маса порожнього пікнометра, г;

m_2 — маса пікнометра з водою, г;

A — поправка на аеростатичну силу, яку обчислюють за формулою (2):

$$A = 0,001204 \cdot V, \quad (2)$$

де 0,001204 — густина повітря за температури 20 °C, г/см³;

V — місткість пікнометра, см³.

6.4.2 Густину рідини за температури 20 °C ρ_{20} у грамах на кубічний сантиметр обчислюють за формулою (3):

$$\rho_{20} = \frac{m_1 - m_0 + A}{m_2 - m_0 + A} \cdot 0,99823, \quad (3)$$

де 0,99823 — густина води за температури 20 °C, г/см³.

За результат випробування беруть середнє арифметичне значення результатів двох паралельних визначень. Різниця між цими результатами за довірчої імовірності $P = 0,95$ не повинна перевищувати $0,0005 \text{ г}/\text{см}^3$.

6.4.3 Характеристики похибки результату вимірювання густини рідин нормують у МВВ, атестованих в установленому порядку.

6.5 Правила оформлення результатів випробування

Результати випробування оформлюють згідно з ДСТУ ISO/IEC 17025.

ДОДАТОК А (довідковий)

МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ВІДНОСНОЇ ГУСТИНИ РІДКИХ ХІМІЧНИХ ПРОДУКТІВ

Додаток містить довідкові відомості, наведені в стандарті ASTM D 891 [2].

A.1 Загальні положення

A.1.1 Наведені в цьому додатку методи випробування стосуються визначення відносної густини рідких хімічних речовин. Використовують два методи:

— метод визначення відносної густини з використуванням ареометрів згідно з ASTM E 100 [3] (метод А);

— метод визначення відносної густини з використуванням пікнометра (метод Б).

Примітка A.1. Для визначення відносної густини використовують автоматичне устатковання згідно з методом, зазначенним в ASTM D 4052 [4].

A.1.2 Перед випробуванням потрібно ознайомитися з детальною інформацією про шкідливість рідини, про заходи невідкладної допомоги, поводження з речовинами та із засторожами щодо їх використування, наведеними в технічній документації на рідину.

A.1.3 Точніші результати отримують за методом, у якому використовують пікнометри (метод Б), тому в разі отримання суперечливих результатів саме цей метод вважають арбітражним.

Метод А має гірші характеристики збіжності та відтворюваності, але цей метод простіший у застосуванні, і він дає змогу отримати результат швидше. Крім того, у багатьох випадках отримані із застосуванням методу А результати є цілком прийнятними.

A.1.4 Якщо в'язкість рідини перешкоджає вільному переміщенню ареометра, то для визначення її відносної густини застосовують метод Б.

A.2 Визначення відносної густини з використуванням ареометрів

A.2.1 Відносну густину визначають за поділкою його шкали, що відповідає меніску рідини, під час занурювання в рідину відградуйованого ареометра.

Використовуючи цей метод, потрібно враховувати значення температури, за якої ареометр відградуйовано.

A.2.2 Для визначення відносної густини використовують ареометри відповідного виконання згідно з таблицею A.1.

Таблиця A.1 — Виконання ареометрів та їхні характеристики

| Номінальний діапазон значень відносної густини | Виконання ареометра згідно з ASTM E 100 [3] | Номінальний діапазон значень відносної густини | Виконання ареометра згідно з ASTM E 100 [3] |
|--|---|--|---|
| від 0,650 до 0,700 | 82H-62 | від 0,950 до 1,000 | 88H-62 |
| від 0,700 до 0,750 | 83H-62 | від 1,000 до 1,050 | 89H-62 |
| від 0,750 до 0,800 | 84H-62 | від 1,050 до 1,100 | 90H-62 |
| від 0,800 до 0,850 | 85H-62 | від 1,100 до 1,150 | 113H-62 |
| від 0,850 до 0,900 | 86H-62 | від 1,150 до 1,200 | 114H-62 |
| від 0,900 до 0,950 | 87H-62 | від 1,200 до 1,250 | 115H-62 |

Цилінди, за допомогою яких визначають відносну густину, має бути виготовлено з прозорого скла. Внутрішній діаметр циліндра має не менше ніж на 25 мм перевищувати зовнішній діаметр ареометра. Висота циліндра має бути такою, щоб після стабілізації положення зануреного в нього ареометра відстань від дна циліндра до нижньої частини ареометра становила не менше ніж 25 мм.

Використовують термометри, які відповідають вимогам ASTM E 1 [5]. Рекомендовано використовувати термометри з ціною поділки 0,1 °C та діапазоном вимірювання температури від 0 °C до 30 °C (наприклад, 90C, 63C).

Під час визначення відносної густини рідини використовують водяну баню (термостат), температуру якої можна підтримувати з точністю до 0,05 °C. Глибина бані має бути достатньою для занурення в неї циліндра так, щоб рівень рідини в циліндрі був нижчим за рівень рідини в бані.

A.2.3 Відносну густину рідини за допомогою ареометра визначають у такий спосіб:

- охолоджують посудину з рідиною до температури, яка приблизно на 2 °C нижча за температуру під час визначення її відносної густини;

- промивають циліндр та обмивають ареометр кількома порціями дослідної рідини (шкала ареометра має залишатися сухою);

- обережно наливають рідину в чистий сухий циліндр, уникнути утворення повітряних бульбашок. У разі виникнення бульбашок їх видаляють із циліндра за допомогою фільтрувального паперу.

Водяну баню встановлюють у місці, де немає протягів.

Циліндр із рідиною вміщують у баню і доводять температуру рідини в циліндрі до значення, установленого для бані, з точністю до 0,05 °C. Рідину в циліндрі обережно перемішують термометром, не допускаючи утворення бульбашок.

Коли температура рідини в циліндрі досягає значення, яке на 0,2 °C нижче, ніж значення температури, установлене для бані, повільно та обережно занурюють ареометр у циліндр. Ареометр занурюють у циліндр на дві найменші поділки шкали нижче за той рівень, на якому він буде надалі плавати. Відпускають ареометр. Ареометр має вільно плавати, не торкаючись стінок і dna циліндра.

Коли температура рідини досягне температури, установленої для бані, відлічують покази ареометра. Положення очей оператора спочатку повинне бути дещо нижчим за рівень рідини, а потім повільно підійматися вгору, доки поверхня рідини не набуде вигляду викривленого еліпса, подібного до горизонтальної риски шкали ареометра.

Температуру рідини, відносну густину якої визначають, контролюють безпосередньо перед відлічуванням показів ареометра та відразу після нього.

A.2.4 Відносну густину рідини ρ обчислюють за формулою (A.1):

$$\rho = 1,00120K - 0,00120, \quad (\text{A.1})$$

де 1,00120 — коефіцієнт, що враховує відмінність між результатами градуювання ареометра для вакууму і для повітря;

K — покази ареометра;

0,00120 — густина повітря за температури 20 °C, г/см³.

Результат вимірювання записують із точністю до 0,0001.

A.3 Збіжність і відтворюваність результатів визначення відносної густини з використовуванням ареометрів

A.3.1 Збіжність і відтворюваність результатів визначення відносної густини рідини за допомогою ареометрів визначають окремо для кожного хімічного продукту.

Наведений далі результат визначення точності цього методу за даними ДФУ [1] стосується тільки одноосновних органічних кислот.

A.3.2 Збіжність результатів у разі застосування методу одним лаборантом у тій самій лабораторії в один день, розрахована як середній квадратичний відхилення результата вимірювання, становить 0,0002 за кількості ступенів свободи 24. Різниця між двома результатами вимірювання за таких умов становить 0,0005 за довірчої ймовірності 0,95.

Збіжність результатів у разі застосування методу одним лаборантом у тій самій лабораторії в різні дні, розрахована як середній квадратичний відхилення результата вимірювання (отриманого як середнє арифметичне значення двох визначень), становить 0,0002 за кількості ступенів свободи 12. Різниця між двома результатами вимірювання за таких умов становить 0,0005 за довірчої ймовірності 0,95.

A.3.3 Відтворюваність результатів у разі застосування методу в різних лабораторіях, розрахована як середній квадратичний відхилення результата вимірювання (отриманого як середнє арифметичне значення двох визначень), становить 0,0006 за кількості ступенів свободи 5. Різниця між двома результатами вимірювання за таких умов становить 0,0002 за довірчої ймовірності 0,95.

A.3.4 Систематичну похибку цього методу не визначено. У загальному випадку систематична похибка залежить від похибки градуювання ареометра та ретельності контролювання стабільності температури бані.

A.4 Визначення відносної густини з використуванням пікнометра

A.4.1 Відносну густину рідини визначають за результатами зважування пікнометра, заповненого спочатку водою, а потім дослідною рідиною. Температуру води та дослідної рідини зазначають у технічній документації на рідину.

A.4.2 Для визначення відносної густини використовують скляний пікнометр місткістю 25 см³, закритий скляною пробкою з відкритим капіляром, який має камеру для запобігання розширенню рідини під час підвищення її температури до значення, вищого за кімнатну температуру, та оснащений кришкою для запобігання випаровуванню рідини.

Під час визначення відносної густини рідини використовують термометри, які відповідають вимогам ASTM E 1 [5]. Рекомендовано використовувати термометри з ціною поділки 0,1 °C та діапазоном вимірювання температури від 0 °C до 30 °C (наприклад, 90C, 63C).

Використовують водяну баню, температуру якої можна підтримувати з точністю до 0,05 °C та аналітичні ваги з границею зважування 150 г і точністю до 0,0001 г. За потреби використовують гирі класу S або рівнозначні, сертифіковані в установленому порядку.

Використовують воду, яка задовільняє вимоги до води типу II та типу III згідно з ASTM D 1193 [6].

A.4.3 Відносну густину рідини за допомогою пікнометра визначають у такий спосіб.

Пікнометр на 8—10 год заповнюють насиченим розчином хромової кислоти в сірчаній кислоті, після чого добре промивають водою. Заповнюють пікнометр вільною від газів водою, температура якої на 2 °C менша за температуру випробування. Вміщують пікнометр у баню, в якій з точністю до 0,05 °C підтримують температуру випробування.

Пікнометр витримують у бані не менше ніж 30 хв до стабілізації об'єму рідини у пікнометрі. Рівень рідини у пікнометрі доводять до позначки, пікнометр закорковують, виймають з бані, витирають досуха та зважують.

Виливають воду з пікнометра. Послідовно промивають пікнометр етиловим спиртом та діетиловим ефіром, видаляють пару ефіру, знову вміщують пікнометр у баню, де підтримують потрібну температуру випробування. Пікнометр витримують у бані не менше ніж 30 хв, закорковують, виймають з бані, витирають досуха та зважують.

Охолоджують рідину до температури, яка на 2 °C нижча за температуру випробування. Пікнометр заповнюють охолодженою рідиною, вміщують у баню, доводять температуру рідини в пікнометрі до температури випробування у такий самий спосіб, як і для води.

Пікнометр витримують у бані не менше ніж 30 хв (до стабілізації об'єму рідини). Рівень рідини в пікнометрі доводять до позначки, пікнометр закорковують, виймають з бані, витирають досуха та зважують.

A.4.4 Відносну густину продукту $\rho_{t_p}^{t_b}$ як відношення маси заданого об'єму рідини за температурою t_p до маси такого самого об'єму води за температури t_b обчислюють за формулою (A.2):

$$\rho = \frac{\Delta m_1}{\Delta m_2}, \quad (A.2)$$

де Δm_1 — різниця між значеннями мас заповненого рідиною та порожнього пікнометра, г;

Δm_2 — різниця між значеннями мас заповненого водою та порожнього пікнометра, г.

Результат вимірювання записують із точністю до 0,0001.

A.5 Збіжність і відтворюваність результатів визначення відносної густини рідини з використуванням пікнометра

A.5.1 Збіжність і відтворюваність результатів визначення відносної густини рідини $\rho_{t_p}^{t_b}$ визначають окремо для кожного хімічного продукту.

Наведений далі результат визначення точності цього методу за даними ДФУ [1] стосується тільки метанолу, етиленгліколю і пропіленгліколю.

A.5.2 Збіжність результатів у разі застосування методу одним лаборантом у тій самій лабораторії в один день, розрахована як середній квадратичний відхилення результату вимірювання, становить 0,00003 за кількості ступенів свободи 36 (для метанолу) і 0,00007 за кількості ступенів свободи 96 (для етиленгліколю і пропіленгліколю). Різниця між двома результатами вимірювання за таких умов становить 0,00008 та 0,0002 відповідно за ймовірності 95 %.

Збіжність результатів у разі застосування методу одним лаборантом у тій самій лабораторії в різні дні, розрахована як середній квадратичний відхилення результату вимірювання (отриманого як середнє арифметичне значення двох визначень), становить 0,00003 за кількості ступенів свободи 18 (для метанолу) і 0,0001 за кількості ступенів свободи 48 (для етиленгліколю і пропіленгліколю). Різниця між двома результатами вимірювання за таких умов становить 0,00007 та 0,0003 відповідно за ймовірності 95 %.

A.5.3 Відтворюваність результатів у разі застосування методу в різних лабораторіях, розрахована як середній квадратичний відхилення результату вимірювання (отриманого як середнє арифметичне значення двох визначень), становить 0,0002 за кількості ступенів свободи 8 (для метанолу) і 0,0002 за кількості ступенів свободи 5 (для етиленгліколю і пропіленгліколю). Різниця між двома результатами вимірювання за таких умов становить 0,0005 та 0,0006 відповідно за ймовірності 95 %.

A.5.4 Систематичну похибку цього методу не визначено. У загальному випадку систематична похибка залежить від похибки градуування пікнометра, ретельності контролювання стабільності температури бані, впливу вологості повітря, наявності наведеної статичної електрики під час зважування пікнометра тощо.

A.6 Перерахування величин відносної густини рідин

A.6.1 Є можливість перерахування величини відносної густини рідини, виміряної за температурі t_p , відносно води, температура якої становить t_{b1} , у величину відносної густини рідини за температурі t_p відносно води, температура якої становить t_{b2} .

Для цього величину $\rho_{t_{b1}}^{t_p}$ множать на відповідне значення коефіцієнта перерахування відповідно до таблиці А.2, розміщене на перетині рядка, що відповідає температурі t_{b1} , та колонки, що відповідає температурі t_{b2} .

Таблиця А.2 — Коефіцієнти перерахування величини відносної густини рідини, виміряної відносно води, температура якої становить t_{b1} , у величину відносної густини рідини відносно води, температура якої становить t_{b2}

| Temperatura води $t_{b1}, ^\circ\text{C}$ | Коефіцієнт перерахування | | | | |
|--|---|-----------|-----------|-----------|-----------|
| | Temperatura води $t_{b2}, ^\circ\text{C}$ | | | | |
| | 4 | 15 | 15,56 | 20 | 25 |
| 4 | 1 | 1,0008722 | 1,0009586 | 1,0017695 | 1,0029335 |
| 15 | 0,9991286 | 1 | 1,0000864 | 1,0008966 | 1,0020595 |
| 15,56 | 0,9990423 | 0,9999136 | 1 | 1,0008101 | 1,0019730 |
| 20 | 0,9982336 | 0,9991042 | 0,9991905 | 1 | 1,0011619 |
| 25 | 0,9970751 | 0,9979447 | 0,9980309 | 0,9988395 | 1 |

Приклад

Відносна вологість рідини $\rho_{20}^{20} = 0,9500$. У такому разі $\rho_4^{20} = \rho_{20}^{20} \cdot 0,9982336 = 0,9483$.

A.6.2 Якщо відомий коефіцієнт температурної залежності величини відносної густини рідини, є можливість перерахування цієї величини, виміряної за температурі t_{p1} , відносно води, температура якої становить t_b , у величину відносної густини рідини за температурі t_{p2} відносно води, температура якої становить t_b . Перерахування виконують за формулою (А.3):

$$\rho_{t_b}^{t_{p2}} = (t_{p1} - t_{p2})k + \rho_{t_b}^{t_{p1}}, \quad (\text{A.3})$$

де $\rho_{t_b}^{t_{p2}}$ — величина відносної густини рідини, виміряної за температури t_{p2} , °C, відносно води, температура якої становить t_b , °C;
 $\rho_{t_b}^{t_{p1}}$ — величина відносної густини рідини, виміряної за температури t_{p1} , °C відносно води, температура якої становить t_b , °C;
 k — коефіцієнт залежності відносної густини від температури, °C⁻¹.

Приклад

Відносна густина *n*-бутанолу, виміряна за температури 20 °C, відносно води за температури 20 °C, дорівнює 0,8108. Коефіцієнт залежності відносної густини від температури дорівнює 0,00074 °C⁻¹. У такому разі $\rho_{20}^4 = (20 - 4) \cdot 0,00074 + 0,8108 = 0,8226$.

ДОДАТОК Б (довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 Державна фармакопея України. — 1-е вид. — Харків: РІРЕГ, 2001.
- 2 ASTM D 891–95 Standard Test Methods for Specific Gravity, Apparent of Liquid Industrial Chemicals (Стандартний метод визначення уявної відносної густини рідких промислових хімічних продуктів).
- 3 ASTM E 100 Specification for ASTM Hydrometers (Технічні вимоги до ареометрів ASTM).
- 4 ASTM D 4052–96 Test Method for Density and Relative Density of Liquids by Density Meter (Метод визначення густини та відносної густини рідин з використуванням вимірювачів густини).
- 5 ASTM E 1 Specification for ASTM Thermometers (Технічні вимоги до термометрів ASTM).
- 6 ASTM D 1193 Specification for Reagent Water (Технічні вимоги до води, яку використовують як реагент).

Код УКНД 71.040.30

Ключові слова: ареометр, відносна густина, густина, пікнометр, продукти хімічні.

Редактор О. Ніколаєнко
Технічний редактор О. Марченко
Коректор І. Недогарко
Верстальник Т. Неділько

Підписано до друку 23.04.2013. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,39. Зам. ХОЗ Ціна договірна.

Виконавець

Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру
видавців, виготовників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647