ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57829— 2017

РАСТВОРИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ ГАЛОГЕНСОДЕРЖАЩИЕ И ИХ СМЕСИ

Методы определения плотности

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Ассоциацией «Некоммерческое партнерство Координационно-информационный центр государств — участников СНГ по сближению регуляторных практик» (Ассоциация «НП КИЦ СНГ») на основе собственного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 60 «Химия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 октября 2017 г. № 1495-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту АСТМ Д2111—10 (2015) «Стандартные методы определения относительной плотности и плотности галогенсодержащих органических растворителей и их смесей» [ASTM D2111—10 (2015) «Standard test methods for specific gravity and density of halogenated organic solvents and their admixtures», IDT].

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов АСТМ соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2017

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 . . . 1
4 Назначение и применение . . . 2
5 Температуры для проведения испытаний . . . 2
Метод *А* — Определение относительной плотности ареометром . . . 2
6 Аппаратура . . . 2
7 Проведение испытаний . . . 3
Метод *В* — Определение относительной плотности и плотности пикнометром . . . 3
8 Аппаратура . . . 3
9 Измерение относительной плотности . . . 3
10 Обработка результатов . . . 4
11 Измерение плотности . . . 5
12 Обработка результатов . . . 5
13 Прецизионность и систематическая погрешность . . . 5
Метод *С* — Определение относительной плотности и плотности электронным денсиметром . . . 5
14 Аппаратура . . . 5
15 Калибровка . . . 6
16 Проведение испытаний . . . 6
17 Прецизионность и систематическая погрешность . . . 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов национальным и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам . . . 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РАСТВОРИТЕЛИ ОРГАНИЧЕСКИЕ ГАЛОГЕНСОДЕРЖАЩИЕ И ИХ СМЕСИ

Методы определения плотности

Halogenated organic solvents and their admixtures. Test methods for determination of density

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает методы определения относительной плотности в галогенсодержащих органических растворителях и их смесях. Определение проводят соответствующей аппаратурой и методами испытаний, получая результаты, на основе которых выбирают количественный предел для согласования с заинтересованными лицами.

1.2 Регламентированы три метода испытаний:

1.2.1 Метод *A* — Определение относительной плотности ареометром.

1.2.2 Метод *B* — Определение относительной плотности и плотности пикнометром.

1.2.3 Метод *C* — Определение относительной плотности и плотности электронным денсиметром.

1.3 Значения, записанные в единицах системы СИ, считают стандартными. Никакие другие единицы измерений не включены в стандарт.

1.4 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов безопасности, связанных с использованием данных методов испытаний. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение правил безопасности и охраны здоровья (персонала), а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ASTM E100, Specification for ASTM Hydrometers (Технические условия ареометров АСТМ)

ASTM E2251, Specification for Liquid-in-Glass ASTM Thermometers with Low-Hazard Precision Liquids (Технические условия стеклянных жидкостных термометров АСТМ с малоопасными жидкостями)

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **плотность** (density): Масса вещества на единицу объема.

3.1.1.1 Плотность хлорированных растворителей измеряют в г/см^3.

3.1.2 **относительная плотность** (special gravity): Соотношение массы заданного объема вещества в воздухе при постоянной температуре к массе такого же объема дистиллированной воды в воздухе при постоянной температуре.

Издание официальное

3.1.2.1 При равных температурах вещества и воды относительную плотность вещества выражают по формуле

Относительная плотность *x/x* °С, например, 25/25 °С. (1)

При разных температурах вещества и воды относительную плотность вещества выражают по формуле

Относительная плотность *x/y* °С, например, 20/4 °С. (2)

Если плотность воды измеряют при 4 °С, относительная плотность при заданной температуре будет равна плотности при указанной температуре.

При использовании электронного денсиметра для определения относительной плотности температура вещества и воды будет одинакова. Например, 25/25 °С, 20/20 °С.

4 Назначение и применение

4.1 Плотность и относительная плотность чистых хлорированных растворителей при заданной температуре являются постоянными. Плотность или относительная плотность по результатам анализа бинарных смесей могут быть использованы для идентификации веществ и в качестве показателя чистоты растворителей.

5 Температуры для проведения испытаний

5.1 В спецификациях АСТМ устанавливают температуру для галогенсодержащих органических растворителей, равную 25/25 °С. Широко используют температуры 20/20 °С и 15,56/15,56 °С.

Метод *А* — Определение относительной плотности ареометром

6 Аппаратура

6.1 Ареометр. Используют ареометры по АСТМ Е100, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Номинальный диапазон относительной плотности	№ ареометра по АСТМ
От 0,900 до 0,950 включ.	107H
Св. 0,950 до 1,000 включ.	108H
Св. 1,000 до 1,050 включ.	125H
Св. 1,050 до 1,100 включ.	126H
Св. 1,100 до 1,150 включ.	127H
Св. 1,150 до 1,200 включ.	128H
Св. 1,200 до 1,250 включ.	129H
Св. 1,250 до 1,300 включ.	130H
Св. 1,300 до 1,350 включ.	131H
Св. 1,350 до 1,400 включ.	132H
Св. 1,400 до 1,450 включ.	133H
Св. 1,450 до 1,500 включ.	134H
Св. 1,500 до 1,550 включ.	135H
Св. 1,550 до 1,600 включ.	136H
Св. 1,600 до 1,650 включ.	137H

6.2 Цилиндр стеклянный для ареометров с внутренним диаметром больше диаметра ареометра не менее чем на 25 мм. Сосуд цилиндрической формы, в который помещают образец для испытаний, изготавливают из прозрачного стекла. Для удобства заливки образца может иметь выступ на ободе. Высота цилиндра должна быть такой, чтобы длина колонки с образцом была на 25 мм больше части ареометра, погруженной в поверхность образца после достижения состояния равновесия.

6.3 Термометр с диапазоном температур от минус 20 °С до 102 °С, соответствующий требованиям, предъявляемым к термометру 12*C* по ACTM E2251.

6.4 Водяная баня, способная во время испытаний поддерживать температуру в пределах ±0,5 °С от заданной температуры.

7 Проведение испытаний

7.1 Охлаждают образец в отдельном контейнере до температуры на 1 °С ниже температуры проведения испытаний. Промывают каждую часть оборудования порцией образца. Наливают пробу в чистый ареометр без разбрызгивания, чтобы не допустить образования пузырьков на поверхности. Чистой фильтровальной бумагой удаляют все образовавшиеся на поверхности пузырьки. Выбирают место без воздушных потоков. Вертикально помещают цилиндр в водяную баню и поднимают температуру образца до температуры проведения испытаний следующим образом. Перемешивают содержимое цилиндра, соблюдая осторожность, чтобы избежать образования пузырьков на поверхности. При достижении температуры образца на 0,5 °С ниже температуры проведения испытаний медленно и осторожно опускают ареометр в образец на уровне двух нижних делений шкалы, при котором он будет плавать, а затем опускают ареометр. После того как он будет плавать свободно от стенок цилиндра, записывают относительную плотность по шкале ареометра.

7.2 Когда образец нагрет до температуры проведения испытаний, проводят определение относительной плотности, поместив глаз ниже уровня жидкости и медленно поднимая глаза, пока поверхность из искаженного эллипса не станет прямой линией шкалы ареометра. Проверяют температуру перед и после проведения определения.

Метод *B* — Определение относительной плотности и плотности пикнометром

8 Аппаратура

8.1 Пикнометр вместимостью 25 $см^3$ с крышкой из матового стекла, камерой для обеспечения поддержания комнатной температуры и крышкой для предотвращения испарения.

8.2 Водяная баня, способная во время испытаний поддерживать температуру в пределах ±0,5 °С.

8.3 Термометр с диапазоном температур от минус 2 °С до 80 °С, соответствующий требованиям, предъявляемым к термометру 15*C* по ASTM E2251.

8.4 Аналитические весы с точностью взвешивания до 0,1 мг.

9 Измерение относительной плотности

9.1 Очищают пикнометр, заполняя его раствором хромовой кислоты с концентрированной серной кислотой, оставляют на несколько часов, после чего хорошо промывают дистиллированной или деионизированной водой.

9.2 Заполняют пикнометр свежекипяченой дистиллированной или деионизированной водой и охлаждают до температуры на 2—3 °С ниже температуры проведения испытаний. Помещают пикнометр на водяную баню, поддерживая температуру проведения испытаний до тех пор, пока содержимое не заполнит весь объем.

9.3 После погружения в ванну в течение 30 мин. регулируют уровень жидкости в соответствующей точке пикнометра, после чего закрывают пробкой, достают из ванны, досуха вытирают пикнометр и взвешивают. Следует соблюдать осторожность, чтобы избежать соприкосновения пикнометра с голыми руками из-за изменения веса, происходящего от сбора влаги и масла от рук. Записывают массу W_1, г.

9.4 Очищают пикнометр, последовательно промывают спиртом или ацетоном, удаляют пары растворителя продувкой чистым, сухим воздухом или азотом, ставят на водяную баню и доводят до температуры

проведения испытаний, как было описано в 9.2. Пикнометр погружают в ванну на 30 мин., после чего закрывают пробкой, достают из ванны, досуха вытирают пикнометр и взвешивают. Записывают массу W_2, г.

9.5 Вычитают массу пустого пикнометра от массы пикнометра, заполненного водой, получая массу содержащейся воды при температуре проведения испытаний в воздухе. Разность $W = W_1 - W_2$.

9.6 Охлаждают образец до температуры на 2—3 °С ниже температуры проведения испытаний, заполняют им пикнометр, ставят на водяную баню и доводят до температуры проведения испытаний, как было описано в 9.2. После погружения в ванну в течение 30 мин. регулируют уровень жидкости в соответствующей точке пикнометра, после чего закрывают пробкой, достают из ванны, досуха вытирают пикнометр и взвешивают. Записывают температуру S_1, °С.

9.7 Вычитают массу пустого пикнометра от массы пикнометра, заполненного образцом, получая массу содержащегося образца. Разность $S = S_1 - W_2$.

10 Обработка результатов

10.1 Вычисляют относительную плотность в воздухе по формуле

$$\text{Относительная плотность } T/T = S/W, \tag{3}$$

где T — температура проведения испытаний, °С.

10.2 В технической документации на продукцию часто указывают температуру, при которой измеряют относительную плотность. Для преобразования любой выбранной температуры необходимо использовать коэффициент объемного термического расширения для испытуемого материала. Также используют абсолютную плотность воды при требуемой температуре. Абсолютная плотность воды при различных температурах приведена в различных источниках. Для преобразования любой требуемой температуры используют формулу

$$\text{Относительная плотность } T_3/T_4 \text{ °С} = \frac{\text{относительная плотность } T_1/T_2}{\left[1+k\left(T_3-T_1\right)\right]\frac{d_{H_2O} \text{ при } T_4}{d_{H_2O} \text{ при } T_2}}, \tag{4}$$

где T_3/T_4 — преобразованные температурные условия;

T_1/T_2 — исходные температурные условия;

k — коэффициент объемного термического расширения, равный:

- 0,00117 для трихлорэтилена при температуре от 0 до 40 °С;
- 0,00102 для перхлорэтилена при температуре от 0 до 25 °С;
- 0,00125 для 1,1,1-трихлорэтана при температуре от 0 до 30 °С;
- 0,00137 для метиленхлорида при температуре от 0 до 40 °С;
- 0,00927 для фтороуглерода-113 при температуре от 0 до 30 °С;

d_{H_2O} — абсолютная плотность воды при требуемой температуре.

10.2.1 Пример — предположим, для трихлорэтилена при 25/25 °С относительная плотность равна 1,4550. Необходимо преобразовать в 15/4 °С и 20/20 °С.

Относительная плотность при 15/4 °С:

= 1,4550/[1 + 0,00117·(15 – 25)]·(0,999973/0,997044);

= 1,4550/[0,9883]·1,00293;

= 1,4679,

где 0,999973/0,997044 — соотношение плотности воды при 4 °С, приведенное к плотности воды при 25 °С.

Относительная плотность при 20/20 °С:

= 1,4550/[1 + 0,00117·(20 – 25)]·(0,998203/0,997044);

= 1,4550/[0,99415]·1,00116;

= 1,4619,

где 0,998203/0,997044 — соотношение плотности воды при 20 °С, приведенное к плотности воды при 25 °С.

Примечание — Показатели плотности воды приведены в «Справочнике химии и физике», 49-е изд. (1968–1969), опубликовано компанией «Синтетический каучук».

11 Измерение плотности

11.1 Очищают пикнометр, заполняя его раствором хромовой кислоты с концентрированной серной кислотой, оставляют на несколько часов, после чего хорошо промывают дистиллированной водой. Удаляют воду из пикнометра, промывая его спиртом или ацетоном, и продувают пары растворителя чистым, сухим воздухом или азотом.

11.2 Помещают пустой пикнометр на водяную баню и поднимают температуру до температуры проведения испытаний. Выдерживают при температуре проведения испытаний в течение 30 мин.

11.3 Достают пикнометр из водяной бани, вытирают досуха, закрывают пробкой и взвешивают пикнометр. Записывают результат взвешивания *P*. Избегают соприкосновения пикнометра с голыми руками, так как влага и масла рук могут повлиять на результат взвешивания.

11.4 Заполняют пикнометр образцом и охлаждают до температуры на 2—3 °С ниже температуры проведения испытаний. Помещают пикнометр на водяную баню, поддерживая температуру проведения испытаний в пределах ±0,5 °С до тех пор, пока пикнометр с содержимым не заполнит весь объем.

11.5 После погружения в ванну в течение 30 мин. регулируют уровень жидкости в соответствующей точке пикнометра, после чего закрывают пробкой, достают из ванны, досуха вытирают пикнометр и взвешивают. Записывают результат взвешивания *S*.

12 Обработка результатов

12.1 Вычисляют плотность, *d*, по формуле

$$d = \frac{S - P}{V}, \quad (5)$$

где *S* — масса заполненного пикнометра;
P — масса пустого пикнометра;
V — объем пикнометра.

13 Прецизионность и систематическая погрешность

13.1 При применении метода *B* абсолютная систематическая погрешность результатов, полученных в различных лабораториях с использованием различного оборудования, не должна превышать 0,0002.

13.2 Пределы прецизионности и систематической погрешности любого метода для определения относительной плотности зависят от внимания, уделяемого калибровке оборудования и методу испытаний. Большое внимание уделяют проблемам поддержания большого объема жидкости (иногда неперемешиваемой) при постоянной температуре, на которую воздействуют влажность и статическое электричество во время взвешивания пикнометра и взвешивания относительно больших нагрузок.

Метод *C* — Определение относительной плотности и плотности электронным денсиметром

14 Аппаратура

14.1 Электронный денсиметр, способный измерять и отображать результаты до четвертого знака после запятой. Анализаторы состоят из U-образной осциллирующей трубки с образцом, системы электронного возбуждения, подсчитывающей частоту, и дисплея. Плотность образца изменяет массу трубки, которая влияет на частоту колебаний. Прибор должен поддерживать температуру в пределах ±0,05 °С от требуемой температуры.

14.2 Шприц или другой прибор, способный вводить образец в денсиметр. Обращаются к инструкциям изготовителя.

14.3 Термометр, калиброванный и градуированный до 0,1 °С для проведения измерения температуры и установки температуры измерений. Если денсиметр отображает температуру образца, термометр не используют.

15 Калибровка

15.1 Денсиметр может быть откалиброван для использования при нужной температуре. Для этого следуют инструкциям производителя. Денсиметр обычно калибруют путем установки выходного прибора (дисплей) при пустой измерительной ячейке на плотность сухого воздуха (0,0012 при 15,56; 20 и 25 °С), а затем аналогично устанавливают прибор на плотность или относительную плотность воды (1,0000) при заданной температуре, когда ячейка заполнена дегазированной деионизированной водой (см. 15.2 и 15.3).

15.2 Калибровка для определения относительной плотности

Заполняют измерительную ячейку дегазированной, деионизированной водой и нагревают до заданной температуры. Это занимает приблизительно 2 мин. Следуя инструкциям производителя, устанавливают прибор на относительную плотность 1,0000. После этих операций прибор откалиброван.

15.3 Калибровка для определения плотности

Заполняют измерительную ячейку дегазированной, деионизированной водой и нагревают до заданной температуры. Это занимает приблизительно 2 мин. Следуя инструкциям производителя, устанавливают прибор на плотность воды при заданной температуре денсиметра.

15.4 Абсолютная плотность воды

15.4.1 Выбираемые значения

Температура, °С	Плотность, г/см^3
4	0,9999123
15,56	0,9990123
20	0,9913203
25	0,9912044

15.4.2 Значения, не указанные в 15.4.1, смотрят в справочниках, таких как «Справочник по химии и физике» и «Руководство Ланге по химии».

15.4.3 Пользователю следует калибровать прибор на регулярной основе при изменении температуры в процессе эксплуатации. Частота калибровки зависит от различных приборов и условий эксплуатации. Не следует проводить калибровку часто (ежедневно или еженедельно), пока есть достаточно данных, чтобы определить частоту калибровки прибора.

16 Проведение испытаний

16.1 Очищают и сушат измерительную ячейку перед использованием. Промывают ячейку ацетоном, этанолом или другим подходящим растворителем, после чего сушат ячейку пропусканием сухого воздуха до установления постоянной величины прибора (0,0012 при температуре от 15 до 25 °С).

16.2 Используя шприц или другой подходящий прибор, заполняют измерительную ячейку образцом. Дают ячейке с образцом уравновеситься при заданной прибором температуре (приблизительно 2 мин.).

16.3 По прибору записывают значения относительной плотности или плотности при заданной температуре.

16.4 Очищают и сушат измерительную ячейку в соответствии с 16.1.

17 Прецизионность и систематическая погрешность*

17.1 Повторяемость (единичного анализа)

При применении метода *С* систематическая погрешность результатов (при трех сериях измерений), полученных одним оператором в разное время, не превышает 0,00006 при степени свободы, равной 12. Разница между средними значениями составляет 0,00016 при 95 % вероятности. Электронные денсиметры обычно отображают значения до четвертого знака после запятой, поэтому вышеуказанные значения округлены до 0,0001 и 0,0002 соответственно.

* Протоколы исследований имеются в наличии в штаб-квартире АСТМ (ASTM Headquarters). Их можно получить, запросив протоколы RR:D26-1005.

17.2 Воспроизводимость (межлабораторная)

При применении метода *С* систематическая погрешность результатов (при трех сериях измерений), полученных операторами в разных лабораториях, не превышает 0,00027 при степени свободы, равной 5. Разница между средними значениями составляет 0,00076 при 95 % вероятности. Электронные денсиметры обычно отображают значения до четвертого знака после запятой, поэтому вышеуказанные значения округлены до 0,0003 и 0,0008 соответственно.

17.3 Систематическая погрешность данного метода не определялась, так как отсутствуют стандарты известной плотности.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов национальным и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM E100	NEQ	ГОСТ 18481—81 «Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия»
ASTM E2251	NEQ	ГОСТ 28498—90 «Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - NEQ — неэквивалентные стандарты.		

УДК 547.32:006.354 ОКС 71.080.20

Ключевые слова: ареометр, денсиметр, пикнометр, хлорированный растворитель

БЗ 11—2017/147

Редактор *А.А. Кабанов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 27.10.2017 Подписано в печать 27.11.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 23 экз. Зак. 2408.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru