

A.3. GĘSTOŚĆ WZGLĘDNA

1. METODA

Podstawę większości metod przedstawionych w pkt 1.4.–1.6. stanowią Wytyczne OECD¹⁾. Podstawowe zasady metod są dostępne w piśmiennictwie²⁾.

1.1. Informacje ogólne

Metody i aparatura przedstawione w pkt 1.4.–1.6. służą do wyznaczania gęstości względnej substancji, stałych i ciekłych, bez żadnych ograniczeń wynikających z ich stopnia czystości. W tabeli A.3.1. przedstawiono różne metody oznaczeń.

1.2. Definicje i jednostki

Gęstość substancji (ρ) jest stosunkiem masy (m) i jej objętości (V). W rozumieniu rozporządzenia, gęstość względna (d_4^{20}) substancji stałych lub ciekłych jest stosunkiem masy określonej objętości substancji badanej w temperaturze 20°C do masy wody o takiej samej objętości w temperaturze 4°C. Gęstość względna jest wielkością bezwymiarową. Gęstość podaje się zgodnie z układem jednostek SI w kg/m^3 .

1.3. Substancje kontrolne^{3), 4)}

Nie ma potrzeby stosowania substancji kontrolnych we wszystkich badaniach. Substancje kontrolne stosować należy do okresowego sprawdzania metody i porównywania z innymi metodami.

1.4. Zasady stosowanych metod badań

Stosuje się cztery rodzaje metod.

1.4.1. Metody pływakowe

1.4.1.1. Hydrometr (dla cieczy)

Pomiary wykonywać należy wykorzystując hydrometr pływający, odczytując gęstość na wyskalowanej podziałce zależnie od głębokości zanurzenia hydrometru.

1.4.1.2. Waga hydrostatyczna (dla cieczy i substancji stałych)

W celu wyznaczenia gęstości substancji obliczać należy różnicę między masą substancji badanej w powietrzu i w odpowiedniej cieczy (np. w wodzie).

W przypadku substancji stałych, zmierzona gęstość jest reprezentatywna tylko dla badanej próbki. W celu wyznaczenia gęstości cieczy waży się znaną jej objętość (V) najpierw w powietrzu, a następnie w wodzie.

1.4.1.3. Metoda ciała zanurzonego (dla cieczy)⁵⁾

W metodzie tej gęstość cieczy wyznaczyć można z różnicy wyników ważenia cieczy przed i po zanurzeniu w niej ciała o znanej objętości.

¹⁾ OECD, Paris, 1981, Test Guideline 109, Decision of the Council C (81) 30 final.

²⁾ R. Weisseberger ed.: Technique of organic Chemistry, Physical Methods of Organic Chemistry, 3rd ed., Interscience Publ., New York, 1959, Vol. I Part I.

³⁾ OECD, Paris, 1981, Test Guideline 109, Decision of the Council C (81) 30 final.

⁴⁾ IUPAC, Recommended reference materials for realization of physico-chemical properties, Pure and applied chemistry, 1976, Vol. 48, 508.

⁵⁾ Wagenbreht H, Die Tauchkugel zur Bestimmung der Dichte von Flüssigkeiten, Technisches Messen tom 11, 427–430 (1979).

1.4.2. Metody piknometryczne

Dla substancji chemicznych stałych i ciekłych stosować należy piknometry o różnych kształtach i o znanych objętościach. Gęstość obliczyć można na podstawie różnicy masy piknomtru pełnego i opróżnionego oraz jego znanej objętości.

1.4.3. Piknometr gazowy (dla substancji stałych)

Gęstość substancji stałej w każdej postaci może być oznaczana w temperaturze pokojowej w piknometrze gazowym. Objętość substancji mierzy się w powietrzu lub w innym gazie obojętnym, w cylindrze o kalibrowanej objętości. Do obliczenia gęstości przyjmuje się jeden pomiar masy.

1.4.4. Gęstościomierz oscylacyjny^{1), 2), 3)}

W metodzie tej należy stosować oscylator mechaniczny w kształcie U-rurki wibrujący ze specyficzną częstotliwością w zależności od jego masy. Wprowadzona próbka zmienia częstotliwość rezonansową oscylatora. Aparat kalibruje się dwiema cieczami o znanej gęstości. Substancje do kalibracji muszą być tak dobrane, aby ich gęstości obejmowały mierzony zakres.

1.5. Kryteria przydatności

Przydatność poszczególnych metod stosowanych do wyznaczania gęstości względnej przedstawiono w tabeli A.3.1.

TABELA A.3.1. PRZYDATNOŚĆ METOD STOSOWANYCH DO WYZNACZANIA GĘSTOŚCI WZGLĘDNEJ

Metoda pomiaru	Gęstość		Maksymalna dopuszczalna lepkość dynamiczna	Aktualne normy
	ciała stałe	ciecze		
1.4.1.1. Hydrometr		tak	5 Pa s	ISO 387 ISO 649 - 2 NF T 20-050
1.4.1.2. Waga hydrostatyczna: a) ciała stałe b) ciecze	tak	tak	5 Pa s	ISO 1183 (A) ISO 901 i 758
1.4.1.3. Metoda ciała zanurzonego		tak	20 Pa s	DIN 53217
1.4.2. Piknometr: a) ciała stałe b) ciecze	tak	tak	500 Pa s	ISO 3507 ISO 1183 (B) NF T 20-053 ISO 758
1.4.3. Piknometr gazowy	tak			DIN 55990 Część 3 DIN 53243
1.4.4. Gęstościomierz oscylacyjny		tak	5 Pa s	

1.6. Opis metod

W tabeli A.3.2. przedstawiono normy, które mogą być dodatkowo wykorzystane przy wykonywaniu pomiarów. Badania powinny być wykonywane w temperaturze 20°C. Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia.

¹⁾ H. Leopold, Die digitale Messung von Flüssigkeiten, Elektronik 19, 297-302 (1970).

²⁾ D. Baumgarten, Füllmengenkontrolle bei vorgepackten Erzeugnissen - Verfahren zur Dichtebestimmung bei flüssigen Produkten und ihre praktische Anwendung, Die Pharmazeutische Industrie 37, 717-726 (1975).

³⁾ J. Riemann, Der Einsatz der digitalen Dichtemessung in Brauereilaboratorium, Brauwissenschaft, 9, 253-255 (1976).

TABELA A.3.2. WYKAZ NORM ZWIĄZANYCH Z WYZNACZANIEM GĘSTOŚCI WZGLĘDNEJ

1. Metody pływakowe	
1.1. Hydrometr	
DIN 12790, ISO 387	Hydrometr; instrukcje ogólne (Hydrometr; general instructions)
DIN 12791	Część I: Hydrometry gęstościowe; budowa, stosowanie (Part I: Density hydrometers; construction, adjustment and use)
	Część II: Hydrometry gęstościowe; wielkości znormalizowane, przeznaczenie (Part II: Density hydrometers; standardized sizes, designation)
	Część III: Stosowanie i oznaczanie (Part III: Use and test)
ISO 649-2	Szklane wyroby laboratoryjne: asortyment hydrometrów (Laboratory glassware: Density hydrometers for general purpose)
NF T 20-050	Substancje chemiczne do stosowania w przemyśle - Wyznaczanie gęstości cieczy - Metoda areometryczna (Chemical products for industrial use - Determination of density of liquids - Areometric method)
DIN 12793	Przyrządy laboratoryjne: asortyment hydrometrów (Laboratory glassware: range find hydrometers)
1.2. Waga hydrostatyczna	
<i>Dla substancji stałych</i>	
ISO R 1183	Metoda A: Metody oznaczania gęstości i gęstości względnej tworzyw sztucznych z wyłączeniem tworzyw komórkowych (Method A: Methods for determining the density and relative density of plastics excluding cellular plastics)
NF T 20-049	Substancje chemiczne do stosowania w przemyśle - Metody wyznaczania gęstości substancji stałych z wyłączeniem tworzyw komórkowych - Metoda z wagą hydrostatyczną (Chemical products for industrial use - Determination of density of solids other than powders and cellural products - Hydrostatic balance method)
ASTM-792	Oznaczanie ciężaru właściwego i gęstości tworzyw sztucznych metodą wypornościową (Specific gravity and density of plastics by displacement)
DIN 53479	Badanie tworzyw sztucznych i elastomerów; oznaczanie gęstości (Testing of plastics and elastomers; determination of density)
<i>Dla substancji ciekłych</i>	
ISO 901	ISO 758
DIN 51757	Badanie olejów mineralnych i materiałów podobnych; wyznaczanie gęstości (Testing of mineral oils and related materials; determination of density)
ASTM D 941-55, ASTM D 1296-67 i ASTM D 1481-62 ASTM D 1298	Gęstość, ciężar właściwy lub API ciężar surowej ropy naftowej i ciekłych produktów naftowych metodą areometru (Density, specific gravity or API gravity of crude petroleum and liquid petroleum products by hydrometer method)
BS 4714	Gęstość, ciężar właściwy lub API ciężar surowej ropy naftowej i ciekłych produktów naftowych metodą areometru (Density, specific gravity or API gravity of crude petroleum and liquid petroleum products by hydrometer method)
1.3. Metoda ciała zanurzonego	
DIN 53217	Badanie farb, lakierów i materiałów zawierających podobne składniki; wyznaczanie gęstości; metoda ciała zanurzonego (Testing of paints, varnishes and similar coating materials; determination of density; immersed body method)
2. Metody piktometryczne	
2.1. Dla substancji ciekłych	
ISO 3507	Piknometry (Pycnometers)
ISO 758	Ciekłe produkty chemiczne; wyznaczanie gęstości w 20°C (Liquid chemical products; determination of density; at 20°C)
DIN 12797	Piknometr Gay-Lussac'a (dla cieczy nielotnych, o niezbyt dużej lepkości) (Gay-Lussac pycnometer (for non-volatile liquids which are not too viscous))
DIN 12798	Piknometr Lipkin'a (dla cieczy o lepkości kinematycznej niższej od $100 \cdot 10^{-6} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$ w temperaturze 15°C (Lipkin pycnometer (for liquids with a kinematic viscosity of less than $100 \cdot 10^{-6} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$ at 15°C)
DIN 12800	Piknometr Sprengel'a (dla cieczy zgodnych z DIN 12798) (Sprengel pycnometer (for liquids as DIN12798))
DIN 12801	Piknometr Reischauer'a (dla cieczy o lepkości kinematycznej niższej od $100 \cdot 10^{-6} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$)

	w temperaturze 20°C), przydatny szczególnie dla węglowodorów i roztworów wodnych, a także dla cieczy o wyższej prężności pary, około 1 bar w 90°C (Reischauer pycnometer (for liquids with a kinematic viscosity of less than $100 \cdot 10^6 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ at 20°C, applicable in particular also to hydrocarbons and aqueous solutions as well as to liquids with high vapour pressure, approximately 1 bar AT 90°C))
DIN 12806	Piknometr Hubbarda (dla substancji ciekłych wszystkich rodzajów o niezbyt wysokiej prężności par, w szczególności do farb, lakierów i mas bitumicznych) (Hubbard pycnometer (for viscous liquids of all types which do not have too high a vapour pressure, in particular also for paints, varnishes and bitumem))
DIN 12807	Piknometr Bingham'a (dla cieczy zgodnych z DIN 12801) (Bingham pycnometer (for liquids, as in DIN 12801))
DIN 12808	Piknometr Jaulmes'a (szczególnie dla mieszaniny etanol – woda) (Jaulmes pycnometer (in particular for ethanol – water mixture))
DIN 12809	Piknometr z termometrem i rurką kapilarną (dla cieczy niezbyt lepkich) (Pycnometer with ground-in thermometer and capillary side tube (for liquids which are not too viscous))
DIN 53217	Badanie farb, lakierów i podobnych wyrobów; oznaczanie gęstości piknometrem (Testing of paints, varnishes and similar products; determination of density by pycnometer)
DIN 51757	Punkt 7: Badanie olejów mineralnych i podobnych materiałów; oznaczanie gęstości (Point 7: Testing of mineral oils and related materials; determination of density)
ASTM D 297	Dział 15: Produkty gumowe - analiza chemiczna (Section 15: Rubber products – chemical analysis)
ASTM D 2111	Metoda C: Chlorowcowane związki organiczne (Method C: Halogenated organic compounds)
BS 4699	Metoda wyznaczania ciężaru właściwego i gęstości produktów naftowych (metoda piknometru z podwójnym skalowaniem kapilary) (Method for determination of specific gravity and density of petroleum products (graduated bicapillary pycnometer method))
BS 5903	Metoda wyznaczania gęstości względnej i gęstości produktów naftowych metodą piknometru z kapilarą zamkniętą (Method for determination of relative density and density of petroleum products by the capillary – stoppered pycnometer method)
NF T 20-053	Substancje chemiczne do stosowania przemysłowego - Wyznaczanie gęstości ciał stałych sproszkowanych i cieczy - Metoda piknometryczna (Chemical products for industrial use – Determination of density of solids in powder and liquids – Pycnometric method)
2.2. Dla substancji stałych	
ISO 1183	Metoda B: Metody wyznaczania gęstości i gęstości względnej tworzyw sztucznych z wyjątkiem tworzyw komórkowych (Method B: Method for determining the density and relative density of plastics excluding cellular plastics)
NF T 20-053	Substancje chemiczne do stosowania przemysłowego - Wyznaczanie gęstości ciał stałych sproszkowanych i cieczy - Metoda piknometryczna (Chemical products for industrial use – Determination of density of solids in powder and liquids – Pycnometric method)
DIN 19683	Wyznaczanie gęstości gleb (Determination of the density of soils)
3. Piknometr gazowy	
DIN 55990	Część 3: Badanie farb i podobnych wyrobów; oznaczanie gęstości piknometrem (Part 3: Prüfung von Anstrichstoffen und ähnlichen Beschichtungstoffen; Pulverlack; Bestimmung der Dichte)
DIN 53243	Farby; polimery zawierające chlor; badanie (Anstrichstoffe; Chlorhaltige Polymere; Prüfung)

2. WYNIKI BADAŃ

Badania przeprowadza się zgodnie z normami wymienionymi w tabeli A.3.2.

3. SPRAWOZDANIE

Sprawozdanie powinno zawierać, z uwzględnieniem zakresu przeprowadzonych badań, następujące informacje:

- opis zastosowanej metody,
- dokładny opis substancji (identyfikacja i zanieczyszczenia), a także opis wstępnego oczyszczenia, jeżeli zostało zastosowane.

Gęstość względną $A (d_4^{20})$ podać należy, zgodnie z definicją, wraz z opisem stanu fizycznego badanej substancji. Ponadto w sprawozdaniu zamieszcza się wszystkie informacje i uwagi niezbędne do interpretacji wyników, szczególnie dotyczące zanieczyszczeń i fizycznej postaci substancji.