

玻璃密度测定沉浮比较法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用沉浮比较法测定玻璃密度的仪器、测定步骤和结果计算。

本标准适用于测定密度在 $1.1 - 3.3 \text{ g/cm}^3$ 的玻璃或其他无孔固体的密度，也可用于测定陶瓷或已知气孔率的固体的表观密度。

2 引用标准

GB / T 2540 石油产品密度测定方法（比重瓶法）

3 方法提要

由于密度溶液的热膨胀系数比玻璃参照标样和玻璃试样的热膨胀系数大得多，所以温度升高时，密度溶液的密度值比玻璃参照标样和玻璃试样的密度值下降多得多。室温 $20 \pm 3^\circ\text{C}$ 时，配制的密度溶液的密度大于玻璃参照标样和玻璃试样的密度，因此，玻璃参照标样和玻璃试样漂浮在密度溶液上。然后使三者同时升温，当密度溶液的密度小于标样与试样的密度时，在不同温度下，标样和试样分别沉降，根据其沉降温度，计算玻璃试样的密度。玻璃参照标样于 30°C 在配制密度溶液中沉降，玻璃试样在 $20 \sim 40^\circ\text{C}$ 范围内沉降，因此，可测定与标样密度值相差 $\pm 0.0200 \text{ g/cm}^3$ 以内的试样。

注：1) 为便于玻璃厂快速测定玻璃试样密度，玻璃参照标样沉降温度可定在 $25 - 35^\circ\text{C}$ 范围内。

4 仪器

沉浮比较密度仪，如图 1 所示，由下述部件构成：

- a. 容量为 $4000 - 5000 \text{ mL}$ 的玻璃水浴缸（杯）一个。
- b. 转速 $0 - 6000 \text{ r/min}$ ，无级调速，功率为 25 W 的搅拌器一台。
- c. 装有变阻器的浸没式加热器一台，或装有变阻器的电炉一个，功率均为 1000 W 。

d. 100mL 的玻璃试管二支，一支试管里盛有密度溶液，玻璃参照标样和玻璃试样，另一支试管里盛有同种密度溶液和一支温度计。试管里最多可以有三个试样同时进行测定。必要时，也可以采用多支试管，盛有不同密度的密度溶液。

e. 20—40℃水银温度计二支，精度 0.1℃。

f. 支承试管、温度计等的耐热、耐湿的盖板（见图 2），约 6mm 厚。

g. 用 $\phi 6$ 紫铜管制作的冷却水管一付。

5 密度溶液

5.1 试剂

试剂应为分析纯或优级纯，配制的密度溶液必须放在遮光器皿里贮存。

a. 水杨酸异丙酯，30℃密度 1.10g / cm³；

b. α -溴代萘，30℃密度 1.48g / cm³；

c. 对称-四溴乙烷，30℃密度 2.96g / cm³；

d. 亚甲烷碘化物，30℃密度 3.32g / cm³。

5.2 密度溶液的配制

用 5.1 条中两种试剂配制的密度溶液，两种试剂的体积随着需配制的密度溶液的密度值不同而不同。每种试剂所需体积，可由下列公式得到：

$$\rho_s V_s = \rho_1 V_1 + \rho_2 V_2 \dots \dots \dots (1)$$

$$V_s = V_1 + V_2 \dots \dots \dots (2)$$

$$\rho_s = (\rho_1 V_1 + \rho_2 V_2) / (V_1 + V_2) \dots \dots \dots (3)$$

式中： ρ_s ——配制的密度溶液的密度，g / cm³

V_s ——配制的密度溶液的体积，mL；

ρ_1 ——30℃试剂 1 的密度，g / cm³；

ρ_2 ——30℃试剂 2 的密度，g / cm³；

V_1 ——30℃时试剂 1 的体积，mL；

V_2 ——30℃试剂 2 的体积，mL。

量取试剂 1V1(mL)和试剂 2V2 (mL) , 置于烧杯中混合。在电炉上预热至 30℃, 将玻璃参照标样放入密度溶液中, 加入 1 滴或数滴试剂 1 或试剂 2, 充分搅拌, 直至标样于 30℃开始沉降为止。

5. 3 密度溶液温度系数的测定

用 GB2540 规定方法测定 20℃和 40℃密度溶液的密度。密度溶液的温度系数 $C\rho$, 可用式(4)计算:

$$C\rho = (\rho T1 - \rho T2) / (T1 - T2) \dots\dots\dots (4)$$

式中: $C\rho$ -----密度溶液温度系数, g / cm^[3]. °C;

$\rho T1$ -----20℃密度溶液的密度, g / cm^[3];

$\rho T2$ -----40℃密度溶液的密度, g / cm^[3];

$T1$ -----20℃;

$T2$ -----40℃;

6 参照标样与试样

玻璃参照标样与玻璃试样, 表面应光滑、无裂纹和飞边, 重量在 0. 25—0. 38g 之间, 长宽之比不大于二倍。

玻璃参照标样的密度值系用附录 A 准确测定。每块标样, 可从一块重 20g 的玻璃片上截取, 并弃除大于标样密度值±0. 0001g / cm^[3]的任一标样。

注: 1) 测定其他物质密度时, 参照标样和试样的重量应按照体积 0. 10—0. 15mL 换算。

7 测定步骤

7. 1 玻璃参照标样与试样的处理

将已切割好的玻璃参照标样和玻璃试样, 用无水乙醇清洗干净, 室温晾干, 小心放入盛有密度溶液

的试管中, 标样和试样均呈悬浮状态。

7. 2 启动沉浮比较密度仪

7. 2. 1 将所有试管以及温度计部署于水浴适当位置。

7. 2. 2 启动搅拌器和加热器。

7. 2. 3 调节水浴和密度溶液的升温速率

初始, 水浴升温速率为 $1-2^{\circ}\text{C} / \text{min}$, 当水浴温度接近试样 (或标样) 沉降温度时, 停止加热, 接通冷却水, 调整冷却水流量。水浴的温度迅速下降, 当水浴和密度溶液的温度接近时, 关闭冷却水, 十几分钟以后, 水浴和密度溶液的温度逐步得到平衡, 在密度溶液温度低于试样 (或标样) 预定沉降温度 $2-4^{\circ}\text{C}$ 时, 接通加热器电源, 调节加热器功率, 使水浴和密度溶液以 $0.10 \pm 0.02^{\circ}\text{C} / \text{min}$ 的升温速率进行加热。

7. 3 记录沉降温度

当玻璃参照标样或玻璃试样在密度溶液中沉降至试管中点刻线时, 准确记录各自沉降温度和水浴温度。水浴和密度溶液的温差不应超过 0.4°C 。

8 结果计算

8. 1 玻璃试样沉降温度的校正

玻璃参照标样的沉降温度规定为 30°C 时, 玻璃试样的沉降温度必须按照式 (5) 校正:

$$T_c = T + (30 - T_s) \dots\dots\dots (5)$$

式中: T_c ——校正后玻璃试样的沉降温度, $^{\circ}\text{C}$;

T ——玻璃试样沉降温度, $^{\circ}\text{C}$;

T_s ——玻璃参照标样沉降温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

8. 2 密度计算

8. 2. 1 玻璃试样在沉降温度 T 时的密度按式 (6) 计算:

$$\rho_T = \rho_s + C_{\rho} (T - T_s) \dots\dots\dots (6)$$

式中: ρ_T ——沉降温度 T 时玻璃试样的密度, g / cm^3 ;

ρ_s ——沉降温度为 30°C 时玻璃参照标样的密度, g / cm^3 ;

C_{ρ} ——同式 (5) ;

T 、 T_s ——同式 (5) 。

8. 2. 2 玻璃试样与玻璃参照标样线膨胀系数相同时, 20°C 玻璃试样密度按式 (7)、式 (8) 计算:

$$\rho_{20} = \rho_{s20} + (C\rho + 3\alpha_a \rho_s)(T - T_s) \dots\dots\dots (7)$$

式(5)代入式(7), 得到:

$$\rho_{20} = \rho_{s20} + (C\rho + 3\alpha_a \rho_s)(T_c - 30) \dots\dots\dots (8)$$

式中: ρ_{20} ——玻璃试样在 20℃时的密度, g/cm³;

ρ_{s20} ——玻璃参照标样在 20℃时的密度, g/cm³;

α_a ——玻璃试样和玻璃参照标样的线膨胀系数, °C⁻¹;

$C\rho$ 、 ρ_s 、 T_s 、 T ——同式(6)。

8. 2. 3 玻璃试样和玻璃参照标样的线膨胀系数不同时, 20℃玻璃试样密度按式(9)计算:

$$\rho_{20} = \rho_{s20} [(1.0000 - 30\alpha_a) + 3\alpha_b(T_c - 20)] + C\rho(T_c - 30) \dots\dots\dots (9)$$

式中: α_a ——玻璃参照标样的线膨胀系数, °C⁻¹;

α_b ——玻璃试样的线膨胀系数, °C⁻¹;

$C\rho$ 、 ρ_{s20} 、 ρ_{20} 、 T_c ——同式(7)。

8. 3 密度-温度表的编制

每一块玻璃参照标样和密度溶液系统, 都可编制一组 20℃的玻璃试样密度与其沉降温度对应关系的数据表。

需要做大量常规密度测定时, 可编制和使用密度-温度表。由式(8)计算出 T_c 在 20—40℃之间, 每增加 0. 1℃时的 20℃玻璃试样的密度值, 编制成密度-温度表。

查密度-温度表前, 用式(5)把玻璃试样沉降温度 T 换算成 T_c 。然后在密度-温度表上查出 T_c 对应的 20℃玻璃试样密度。

9 记录与报告

9. 1 报告应填写: 产品名称、生产厂家、出厂日期、试样编号以及玻璃试样 20℃时的密度。

9. 2 记录应包括: 测定日期、密度-温度表、标样及试样的编号、标样及试样的沉降温度和相应的水浴温度。

10 精密度和准确度

本方法的标准误差为 $\pm 0.0001\text{g/cm}^3$ 。玻璃参照标样的密度值准确到 $\pm 0.00001\text{g/cm}^3$ 时，本方法准确度为 $\pm 0.0002\text{g/cm}^3$ 。

附录 A

玻璃参照标样密度测定悬浮法（补充件）

本方法适用于测定 20—25℃时的玻璃参照标样密度。

A1 仪器与材料

- a. 天平：感量 0.1mg。
- b. 温度计：测温范围 15—30℃，最小分度值 0.1℃。
- c. 镍-铬-铁或铂合金丝：直径为 0.1—0.2mm，用于制作悬丝和吊篮，金属丝应除去表面油脂或在真空中加热净化。
- d. 烧杯：容量为 500mL。
- e. 蒸馏水：新制备，使用的再次煮沸，静置冷却至室温后使用。

A2 样品

- A2.1 切取玻璃试样 20g，玻璃表面光滑，无裂纹或飞边。
- A2.2 玻璃试样先在热硝酸中浸洗，再用蒸馏水和乙醇清洗净化，放入干燥器内待测。

A3 测定步骤

- A3.1 测量室温 T_1 和大气压，从表 A1 查出干空气密度。
- A3.2 称出玻璃试样在空气中的重量。
- A3.3 把吊篮用悬丝挂到天平钩上，试样放入吊篮里。使盛有蒸馏水的烧杯固定在称量室的合适位置，试样浸在蒸馏水中。滴加蒸馏水，让水面达到悬丝基准位置为止。
- A3.4 称出玻璃试样及悬丝吊篮在蒸馏水中的重量。
- A3.5 取出试样，称量悬丝用篮在蒸馏水中的重量。
- A3.6 测量蒸馏水温度 T_2 ，从表 A2 查出无空气水的密度。

表 A1 干空气的密度 g/cm^3

压力, Pa 100792 100925 101059 101192 101325 101458

温度, °C

20 0.001141 0.001157 0.001173 0.001189 0.001205 0.001221

21 0.001137 0.001153 0.001169 0.001185 0.001201 0.001216

22 0.001134 0.001149 0.001165 0.001181 0.001197 0.001212

23 0.001130 0.001145 0.001161 0.001177 0.001193 0.001208

24 0.001126 0.001142 0.001157 0.001173 0.001189 0.001204

25 0.001122 0.001138 0.001153 0.001169 0.001185 0.001200

26 0.001118 0.001134 0.001149 0.001165 0.001181 0.001196

27 0.001115 0.001130 0.001146 0.001161 0.001177 0.001192

28 0.001111 0.001126 0.001142 0.001157 0.001173 0.001188

29 0.001107 0.001123 0.001138 0.001153 0.001169 0.001184

30 0.001104 0.001119 0.001134 0.001150 0.001165 0.001180

表 A2 g/cm³

温度 0.0 0.1 0.2 0.3 0.4 0.5

°C

20 0.99820 0.99818 0.99816 0.99814 0.99812 0.99810

21 0.99799 0.99777 0.99795 0.99795 0.99791 0.99788

22 0.99777 0.99775 0.99773 0.99770 0.99768 0.99766

23 0.99754 0.99752 0.99749 0.99747 0.99744 0.99742

24 0.99730 0.99727 0.99725 0.99722 0.99720 0.99717

25 0.99705 0.99702 0.99709 0.99697 0.99694 0.99692

26 0.99679 0.99676 0.99673 0.99671 0.99668 0.99665

27 0.99652 0.99649 0.99646 0.99643 0.99640 0.99638

28 0.99624 0.99621 0.99618 0.99615 0.99612 0.99609

29 0.99595 0.99592 0.99589 0.99586 0.99583 0.99580

30 0.99565 0.99562 0.99559 0.99556 0.99553 0.99550

续表 A2 无空气水的密度 g/cm³

温度 0.6 0.7 0.8 0.9

°C

20 0.99808 0.99806 0.99804 0.99801

21 0.99786 0.99784 0.99782 0.99779

22 0.99763 0.99761 0.99759 0.99756

23 0.99740 0.99737 0.99735 0.99732

24 0.99715 0.99712 0.99710 0.99707

25 0.99689 0.99687 0.99684 0.99681

26 0.99662 0.99660 0.99657 0.99654

27 0.99635 0.99632 0.99629 0.99626

28 0.99606 0.99603 0.99600 0.99598

29 0.99577 0.99574 0.99571 0.99568

30 0.99547 0.99543 0.99540 0.99537

A4 结果计算

A4. 1 试样在蒸馏水中的重量按式 (A1) 计算:

$$W_w = W_T - W_0 \dots \dots \dots (A1)$$

式中: W_w ——玻璃试样在蒸馏水中的重量, g;

W_T ——玻璃试样和悬丝吊篮在蒸馏水中重量, g;

W_0 ——悬丝吊篮在蒸馏水中重量, g。

A4. 2 实验室平均水-空气温度 T_L 时的玻璃密度按式 (A2) 计算:

$$\rho_{TL} = (W_A \rho_W - W_W \rho_A) / (W_A - W_W) \dots \dots \dots (A2)$$

式中: ρ_{TL} ——实验室平均水-空气温度 TL 时的玻璃密度, g / cm^[3];

W_A ——玻璃试样在空气中重量, g;

ρ_A ——室温 T1 时干空气的密度, g / cm^[3];

ρ_w ——蒸馏水温度 T2 时无空气水的密度, g / cm^[3]。

A4. 3 标准参照温度 T2 时的玻璃密度按式 (A3) 计算:

$$\rho_s = \rho_{TL} / (1 + 3\alpha(T_s - TL)) \dots \dots \dots (A3)$$

式中: ρ_s ——标准参照温度 T 时的玻璃密度, g / cm^[3];

T_s ——标准参照温度, °C;

α ——标准参照温度 T 时的玻璃线膨胀系数, °C⁻¹;

TL ——实验室平均水-空气温度, C;

ρ_{TL} ——同式 (A2) 。

A5 记录与报告

A5. 1 报告应包括: 试样种类、生产厂、试样编号和 T 时试样的密度值。

A5. 2 记录应包括: T1、T2、 ρ_A 、 ρ_w 、 W_T 、 W_0 和 W_A 值。

A6 精密度

实验室温度变化在 ±0.5°C 时, 本方法相对标准偏差为 ±0.01%。