



中华人民共和国国家标准

GB/T 1033.3—2010/ISO 1183-3:1999

塑料 非泡沫塑料密度的测定 第3部分：气体比重瓶法

Plastics—Methods for determining the density of non-cellular plastics—
Part 3: Gas pyknometer method

(ISO 1183-3:1999, IDT)

2010-09-26 发布

2011-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 1033《塑

——第1部分:浸渍法,液体比重瓶法和滴定法;

——第2部分:密度梯度柱法;

——第3部分:气体比重瓶法。

本部分为 GB/T 1033 的第3部分。

本部分采用翻译法等同采用 ISO 1183-3:1999《塑料 非泡沫塑料密度测定方法 第3部分:气体比重瓶法》(英文版)。

为了便于使用,对于 ISO 1183-3:1999,本部分还做了下列编辑性修改:

——把“本国际标准”一词改为“本标准”、“本部分”或“GB/T 1033.3—2010”;

——删除了 ISO 1183-3:1999 的前言;

——增加了本部分的前言;

——增加了规范性引用文件;

——用我国的小数点符号“.”代替国际标准中的小数点符号“,”。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会塑料树脂通用方法和产品分会(SAC/TC 15/SC 4)归口。

本部分负责起草单位:国家合成树脂质量监督检验中心、中蓝晨光化工研究院有限公司、广州合成材料研究院有限公司。

本部分参加起草单位:金发科技股份有限公司、中国石化北京燕山分公司树脂应用研究所、中国石化北京化工研究院国家化学建材测试中心。

本部分主要起草人:郑宁、杨育农、刘奇祥、陈宏愿、者东梅。

塑料 非泡沫塑料密度的测定

第3部分:气体比重瓶法

警告:本部分的应用可能会涉及到一些危险的材料、操作或设备。本部分没有针对可能存在的有关应用的全部安全问题做出说明。本部分的使用者有责任在使用前建立适用于本部分的安全健康条款并确定本部分的使用规范。

1 范围

GB/T 1033 的本部分规定了内部不含孔隙的任何形状的固体非泡沫塑料的密度或比容的测量方法。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 1033 的本部分。

2.1

试验材料 test material

受试的材料。

2.2

试样 test specimen

实际上受试的试验材料部分。

2.3

质量 mass

m

物体所含物质的量,用千克(kg)或克(g)表示。

2.4

重量 weight

w

作用在质量上的重力产生的力,用牛顿(N)表示。

注:重力因位置而异,重量也如此。

2.5

表观质量 apparent mass

m_{app}

用天平测量所得到的物体的质量,用千克(kg)或克(g)表示。

2.6

体积 volume

V

物体在三维空间不包括孔隙的尺寸,用立方米(m^3)、升(L)、立方厘米(cm^3)或毫升(mL)表示。

注:由于热膨胀,体积随温度 t 变化。

2.7

密度 density

ρ

试样的质量 m 与其在温度 t 时体积之比,用千克每立方米(kg/m^3)、千克每立方分米(kg/dm^3)、克

每立方厘米(g/cm³)、千克每升(kg/L)或克每毫升(g/mL)表示。

注：在恒定温度 t 时密度用式(1)计算：

$$\rho^t = \frac{m_{app}}{V} \quad \dots\dots\dots (1)$$

2.8

比容 specific volume

v

在给定温度 t 时物质单位质量的体积,用立方米每千克(m³/kg)、立方分米每千克(dm³/kg)、立方厘米每克(cm³/g)、升每千克(L/kg)或毫升每克(mL/g)表示。

注 1：在恒定温度 t 时比容用式(2)计算：

$$v^t = \frac{V^t}{m_{app}} = \frac{1}{\rho^t} \quad \dots\dots\dots (2)$$

注 2：密度不同于比重,比重是在说明的温度 t 时一定体积物质的质量与等体积水的质量之比。

3 原理

3.1 通过放入试样测量气体比重瓶内气体体积变化的方法,测定已知表观质量试样的体积。体积变化可通过滑动活塞的方法直接获得,或通过测量气体比重瓶内压力的变化并使用理想气体压力-体积关系式计算体积的方法间接获得。通过这种方法获得的体积,是物体不含孔隙的实际体积。用式(1)计算密度。

3.2 气体分子越小,可渗入的孔隙也就越小。

3.3 最好使用在试验材料上具有低吸附力的气体。

3.4 测量压力的气体比重瓶方法的准确度,特别适用于理想气体定律(玻依耳-马略特定律)。

注：为了准确测量,推荐使用氮气,因为它最接近理想气体。氮气能渗透的孔隙直径为 1 μm,并在材料表面具有低的吸附趋势。

4 仪器和材料

4.1 分析天平,精度为 0.1 mg。

4.2 气体比重瓶,具有适当的容积,精度为标称容积的 0.01%。

注：如果尽可能地使试样充满空间将会提高准确度。以双室压力型气体比重瓶为例,其校准和操作程序均见附录 A。

4.3 测量气体,推荐使用压力为 300 kPa、纯度不小于 99.99%的氮气,也可为其他无腐蚀和无吸附的气体,例如干燥的空气。

4.4 恒温控制浴或小密封室,能够保持所需要的试验温度 t ,推荐是(23±1)℃。另外,也可利用带有内插式温度控制装置的气体比重瓶。

5 试样

5.1 若进行状态调节,在体积测量之前,应先将试样干燥至恒重。慎重选择适当的干燥条件以防止试验材料密度的改变。

5.2 试验材料可为粉末状,颗粒状,片状和薄片。其他材料也可切割成适宜于所使用的气体比重瓶容积尺寸的任意形状。避免在切割时由于压缩应力引起密度改变。

含有闭孔的材料要以适宜方法准备试样,例如用磨碎的方法。

5.3 对于状态调节可能使试样密度的变化值大于测定所要求的精度,试验前应按相关材料标准进行状态调节。有时,可能会要求在规定湿度或达到恒定结晶度的条件下进行状态调节。

5.4 如果测量密度随时间或环境条件变化,试样状态调节条件应按各方协商一致的进行校准。

6 校准

调整气体比重瓶的温度到所需值,推荐为 $(23\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 。调节气体比重瓶内容积达到所需值或测量空气比重瓶容积。测量已知密度的校准试样质量,精度为 0.1 mg ,或使用已知体积的校准试样。将校准试样放入测量室内,用测量气体吹扫 3 min 以排除空气和试样表面吸附的湿气。如果有必要,允许追加时间使温度平衡。当达到预设温度时,按照所使用气体比重瓶类型的具体操作方法放入试样,测量容积变化或产生的压力变化。由式(3)或式(4)测量校准因子 k_c 。

注:当使用压力型仪器时,试样的体积可根据理想气体压力-体积关系式(玻依耳-马略特定律)通过压力变化计算。

某些气体比重瓶可自动算出试样的体积。

$$k_c = \frac{V_c}{V_c^0} \dots\dots\dots (3)$$

$$k_c = \frac{V_c \rho_c^0}{m_c} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

k_c ——校准因子;

V_c ——校准试样的测量体积,单位为毫升(mL);

V_c^0 ——校准试样的已知体积,单位为毫升(mL);

ρ_c^0 ——校准试样的已知密度,单位为克每毫升(g/mL);

m_c ——校准试样的质量,单位为克(g)。

如果气体比重瓶容积或温度变化,或使用不同的测量气体或测量气体压力有较大变化时,应重新校准气体比重瓶。

7 步骤和计算

按第6章所描述的步骤,进行试样测试,用式(5)计算密度:

$$\rho_s' = \frac{m_s}{V_s'} \times k_c \dots\dots\dots (5)$$

式中:

ρ_s' ——温度 t 时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL);

m_s ——试样的质量,单位为克(g);

V_s' ——温度 t 时试验试样的体积,单位为毫升(mL)。

同一材料至少取3个样进行测定。

8 精密度

由于尚未得到实验室间试验数据,故未知本试验方法的精密度。如果得到上述数据,则在下次修订时加上精密度说明。

注:预计重复性高于 0.1% 时,再现性应高于 0.2% 。

9 试验报告

试验报告包括下列内容:

- 注明引用 GB/T 1033 的本部分;
- 试验样品的完整标识及说明;
- 所有试验样品密度的算术平均值及标准偏差;
- 试验样品的数目及各自的质量;
- 所用状态调节条件;

- f) 所用测量气体及其纯度；
- g) 测试温度；
- h) 所用校准材料；
- i) 所用比重瓶类型及生产厂；
- j) 本部分任何操作不明确的说明及任何可能影响结果的说明；
- k) 测试日期。

附 录 A
(资料性附录)
双室压力型气体比重瓶

A.1 仪器

仪器由两个内部连接室构成,分别是测量室(容积 V_{meas})和扩散室(容积 V_{exp})。阀门 v_1 为气体进气阀,阀门 v_3 为气体出气阀,阀门 v_2 连接两个气室。如图 A.1a)所示。测量室配有压力计。仪器可手动或自动操作。

A.2 校准

开始校准程序前,打开所有阀门以气体清洗仪器,并吹扫两室。使两室充满处于标准大气压的气体。然后,使压力计的读数为零。这些准备工作要在每次校准步骤前进行。

校准步骤一[见图 A.1a)]:关闭阀门 v_2 和 v_3 ,打开 v_1 使气体充入测量室直至达到所需压力 p_1^0 然后关闭阀门 v_1 ,打开阀门 v_2 并测量平衡压力 p_2^0 。

校准步骤二[见图 A.1b)]:在测量室内放入已知体积 V_c 的校准试样,重复校准步骤一,再次用气体充满测量室,直至达到所需压力 p_1^* ,扩散后测量平衡压力 p_2^* 。

测量室的容积和扩散室的容积可由式(A.1)和式(A.2)计算,分别为:

$$V_{\text{meas}} = \frac{V_c(p_1^* - p_2^*)}{(p_1^* - p_2^*) - \frac{p_2^*}{p_2^0}(p_1^0 - p_2^0)} \quad \text{.....(A.1)}$$

$$V_{\text{exp}} = V_{\text{meas}} \frac{p_1^0 - p_2^0}{p_2^* - p_2^0} \quad \text{.....(A.2)}$$

式中:

p_1^0 ——扩散到扩散室前测量室的压力,单位为帕斯卡(Pa);

p_2^0 ——扩散到扩散室后测量室的压力,单位为帕斯卡(Pa);

p_1^* ——扩散室扩散前放有校准试样的测量室的压力,单位为帕斯卡(Pa);

p_2^* ——扩散室扩散后放有校准试样的测量室的压力,单位为帕斯卡(Pa);

V_c ——校准试样的体积,单位为毫升(mL);

V_{meas} ——测量室的体积,单位为毫升(mL);

V_{exp} ——扩散室的体积,单位为毫升(mL)。

A.3 测试

将试样放入测量室,用与校准步骤一相同的方法测量试样体积,通过测量室的压力 p_1 ,扩散到扩散室的平衡压力 p_2 获得[见图 A.1c)]。在温度 t 时,试样的体积由式(A.3)给定:

$$V'_S = V_{\text{meas}} \frac{V_{\text{exp}}}{\frac{p_1}{p_2} - 1} \quad \text{.....(A.3)}$$

式中:

p_1 ——扩散到扩散室前,放有试样时测量室的压力,单位为帕斯卡(Pa);

p_2 ——扩散到扩散室后,放有试样时测量室的平衡压力,单位为帕斯卡(Pa);

V'_S ——温度 t 时试样的体积,单位为毫升(mL)。

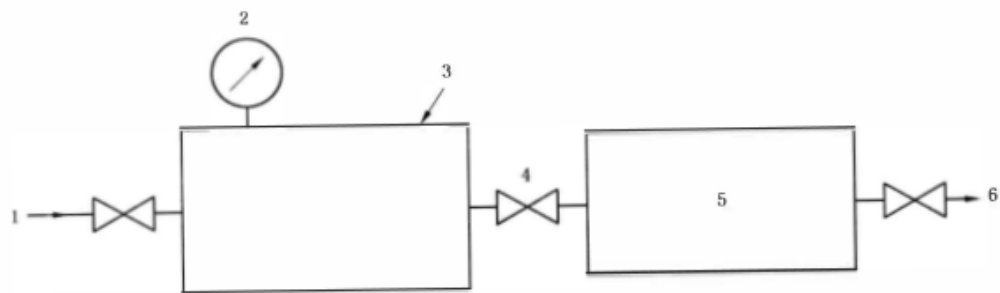
密度用试样的质量除以它的体积:

$$\rho_s^t = \frac{m_s}{V_s^t} \dots\dots\dots (A.4)$$

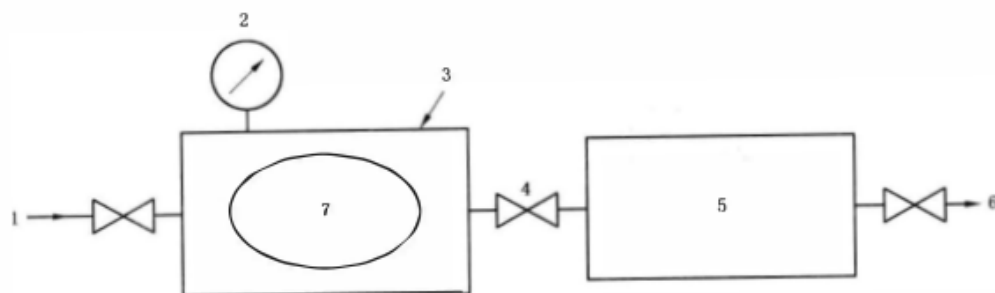
式中:

m_s ——试样的质量,单位为克(g);

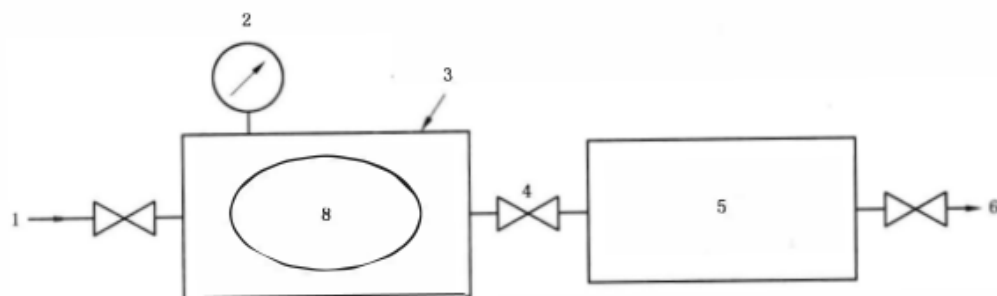
ρ_s^t ——温度 t 时试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。



a) 比重瓶示意图



b) 校准



c) 测量

1——气体进气阀 v_1 ;

2——压力计;

3——测量室;

4——连接阀 v_2 ;

5——扩散室;

6——气体出气阀 v_3 ;

7——校准试样;

8——试样。

图 A.1 双室压力型气体比重瓶