



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0839.9—2015  
代替 SN/T 0839.9—1999

---

## 进出口工业甘油 第 9 部分：纯化甘油 20 °C 密度的测定

Industrial glycerol for import and export—  
Part 9: Determination of the density of purified glycerol at 20 °C

2015-12-04 发布

2016-07-01 实施

---

中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 前 言

SN/T 0839《进出口工业甘油》分为 9 个部分：

- 第 1 部分：样品与试验方法通则；
- 第 2 部分：滴定法测定酸度或碱度；
- 第 3 部分：重量法测定硫酸灰分；
- 第 4 部分：卡尔·费休法测定水分含量；
- 第 5 部分：重量法测定灰分；
- 第 6 部分：非甘油有机物质的计算；
- 第 7 部分：滴定法测定甘油含量；
- 第 8 部分：二乙基二硫氨基甲酸银光度法测定砷含量；
- 第 9 部分：纯化甘油 20℃密度的测定。

本部分为 SN/T 0839 的第 9 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 SN/T 0839.9—1999《进出口工业甘油 纯化甘油 20℃密度的测定》。

本部分与 SN/T 0839.9—1999 相比，主要技术内容变化如下：

- 中文名称更改为“进出口工业甘油 第 9 部分：纯化甘油 20℃密度的测定”；
- 英文名称更改为“Industrial glycerol for import and export—Part 9: Determination of the density of purified glycerol at 20℃”；
- 增加了 U 型振动管法。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：杨勇、王文青、魏宇锋、赵波、邱丰、张继东。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- ZB G17 014.9—1988；
- SN/T 0839.9—1999。

## 进出口工业甘油

### 第9部分：纯化甘油 20℃密度的测定

#### 1 范围

SN/T 0839 的本部分规定了工业纯化甘油(无悬浮物质及结晶盐类的甘油)20℃时密度的测定方法。

本部分适用于测定进出口工业纯化甘油在20℃时的密度。

#### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 13216 甘油试验方法

#### 3 试剂

除非另有规定,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

##### 3.1 洗涤溶剂

使用合适的溶剂(如酒精、丙酮和水等),对仪器无腐蚀。

##### 3.2 标定液体

3.2.1 标定 U 型振动管式密度计至少需要两种标定液,选择的标定液其密度范围应在试样的密度范围内,标定液的密度应能溯源到国家标准或采用国际公认的数值。

3.2.2 当使用水和空气时,应符合以下要求:

a) 水:应符合 GB/T 6682 的二级水或更高级要求。使用前,水用 0.45 μm 的过滤器过滤,煮沸除去溶解的空气并冷却,一旦除去空气,应尽量减少空气再次溶解其中。20℃时无空气的水的密度为 0.998 2 g/cm<sup>3</sup>。

b) 空气:20℃时大气压下干燥空气的密度为 0.001 2 g/cm<sup>3</sup>。

#### 4 方法一——盖氏比重瓶法

##### 4.1 方法提要

20℃时测定充满比重瓶的水的质量,得到比重瓶容积。

20℃时测定充满比重瓶的试样的质量。将试样的质量除以相应比重瓶的容积,求得商。对测得的表观质量应作空气浮力校正。

## 4.2 仪器设备

### 4.2.1 盖氏比重瓶(见图 1):

- a) 普通型: 瓶颈较细, 瓶上附带有毛细管的磨口玻璃瓶, 容积约为 50 mL;
- b) 宽颈型: 瓶颈较粗, 瓶上附有内径为 2 mm 毛细管的磨口玻璃塞, 容积约为 50 mL。

### 4.2.2 恒温水浴: 水浴温度能维持在 $(20 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 。

### 4.2.3 分析天平: 感量 0.1 mg。

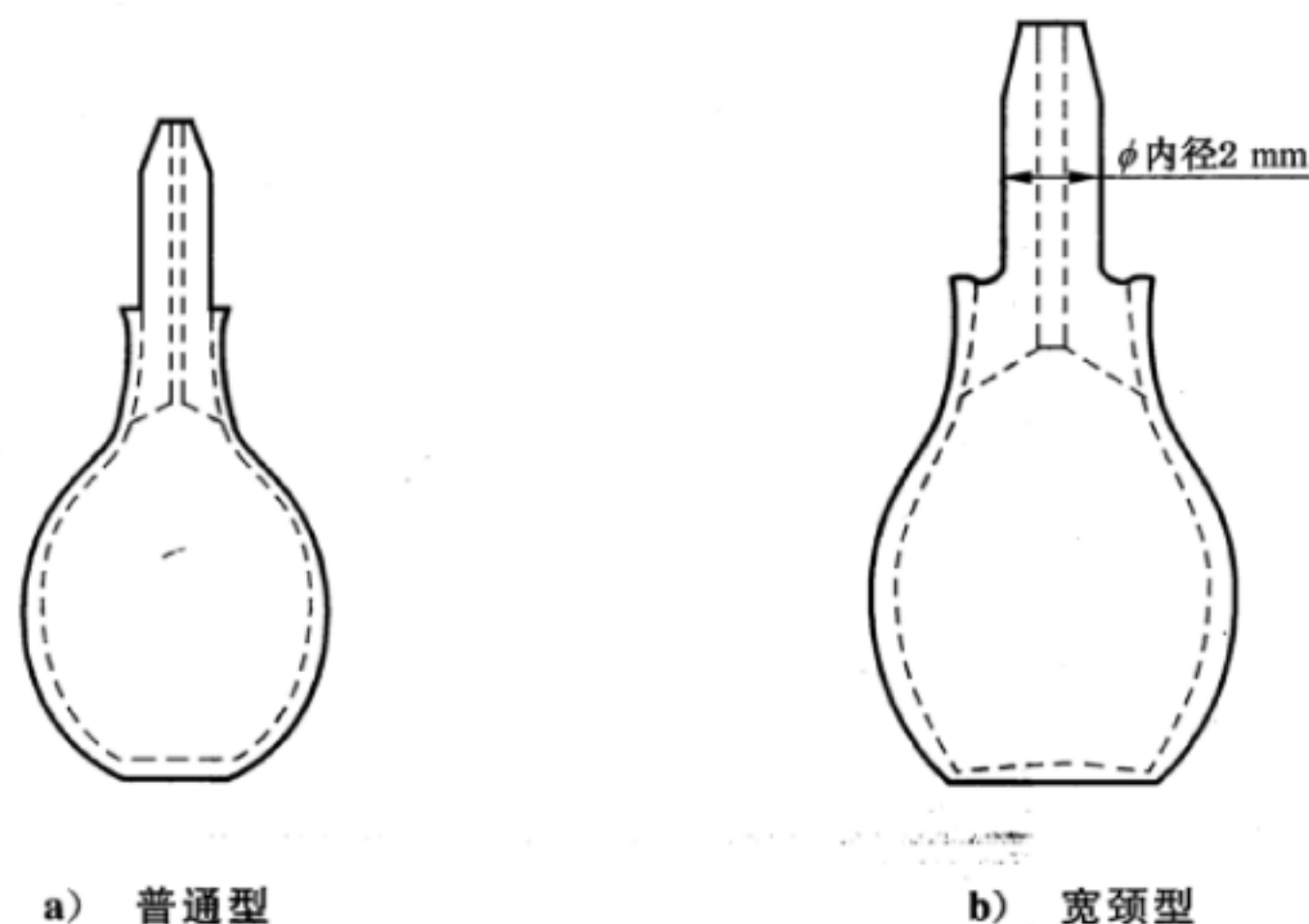


图 1 盖氏比重瓶

## 4.3 样品制备

按 GB/T 13216 抽取样品。由于甘油极易吸潮, 样品必须密封于玻璃瓶中, 并在远离潮湿空气处储藏, 样品以仅装至瓶的三分之二高度为宜, 以便混匀样品。

## 4.4 分析步骤

### 4.4.1 比重瓶的校正

4.4.1.1 洗净并干燥比重瓶, 用稍蘸丙酮的布轻擦比重瓶以消除静电。静置 2 min~3 min 后, 称量带塞空瓶, 精确至 0.1 mg。

4.4.1.2 用刚煮沸并冷却至稍低于  $20^\circ\text{C}$  的水充满。插入瓶塞, 将比重瓶置于  $20^\circ\text{C}$  的水浴中至少 10 min。

4.4.1.3 除去比重瓶溢出的液体, 使液面与毛细管末端平齐。取出比重瓶, 在稍低于  $20^\circ\text{C}$  的水浴下保持 1 min, 用无纤维布抹干外表, 并用稍蘸丙酮的布擦拭。静置 2 min~3 min 后, 称量比重瓶, 精确至 0.1 mg。差量法计算比重瓶中水的表观质量。

### 4.4.2 测量

4.4.2.1 倒空比重瓶, 用丙酮冲洗并干燥, 然后加预先冷到稍低于  $20^\circ\text{C}$  的试样充满至瓶颈上一半处, 防止形成气泡, 插入玻璃塞, 用略低于  $20^\circ\text{C}$  的水冲洗瓶的外部, 将比重瓶浸入水浴中, 深度达磨口部分的一半, 至少放置 30 min。

4.4.2.2 按 4.4.1.3 操作, 测定试样的表观质量。

## 4.5 结果计算

按式(1)计算试样 20 °C 密度( $d$ ):

$$d = \frac{\rho_{\text{水}}(m_2 + A)}{m_1 + A} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$d$  ——20 °C 时的密度,单位为克每毫升(g/mL);

$m_1$  ——20 °C 时充满比重瓶所需水的表观质量,单位为克(g);

$m_2$  ——试样的表观质量,单位为克(g);

$\rho_{\text{水}}$  ——20 °C 时水的密度,0.998 2 g/mL;

$A$  ——空气浮力校正值,由式(2)确定。

$$A = \rho_{\text{空}} \times m_1 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$m_1$  ——20 °C 时充满比重瓶所需水的表观质量,单位为克(g);

$\rho_{\text{空}}$  ——20 °C 时空气的密度,0.001 2 g/mL。

水在 20 °C 的表观质量  $m_1$  (以 g 计),约等于其容积(以 mL 计)。按式(1)计算结果造成的差值,不影响第四位小数。报告结果精确至小数第三位,本方法的精密度以绝对值计为 0.000 5 g/mL。

## 5 方法二——莱氏比重瓶法

### 5.1 方法提要

测定装到比重瓶不同刻度线处水的质量,对比重瓶作校正。测定装到比重瓶某一刻度线处 20 °C 试样的质量。试样质量除以该比重瓶的容积,得到试样的密度。对测得的表观质量应作空气浮力校正。

### 5.2 仪器

5.2.1 莱氏比重瓶:颈部有刻度,附有磨砂玻璃塞,塞的伸展部分为一内径为 0.5 mm 的毛细管(图 3),容积约 50 mL。

5.2.2 水浴:水浴温度能维持在(20±0.1)°C。

5.2.3 分析天平:感量 0.1 mg。

5.2.4 比重瓶的灌装设备:

a) 加压灌装,采用皮下注射器,其针头大小应可使试样能容易地通过而不接触刻度瓶颈的壁;

b) 真空灌装(图 2):

1) 带细茎的滴液漏斗,将细茎置入比重瓶的颈部而不接触瓶颈的壁;

2) 威氏(Witt's)仪器:具磨砂口的玻璃盖顶部配以橡皮塞,塞上钻有一个孔,其直径比滴液漏斗的颈大 1 mm。仪器支管与滤泵连接,并附一调节夹,使瓶的内部产生一个稍低的压力,便于甘油流经漏斗顶部。



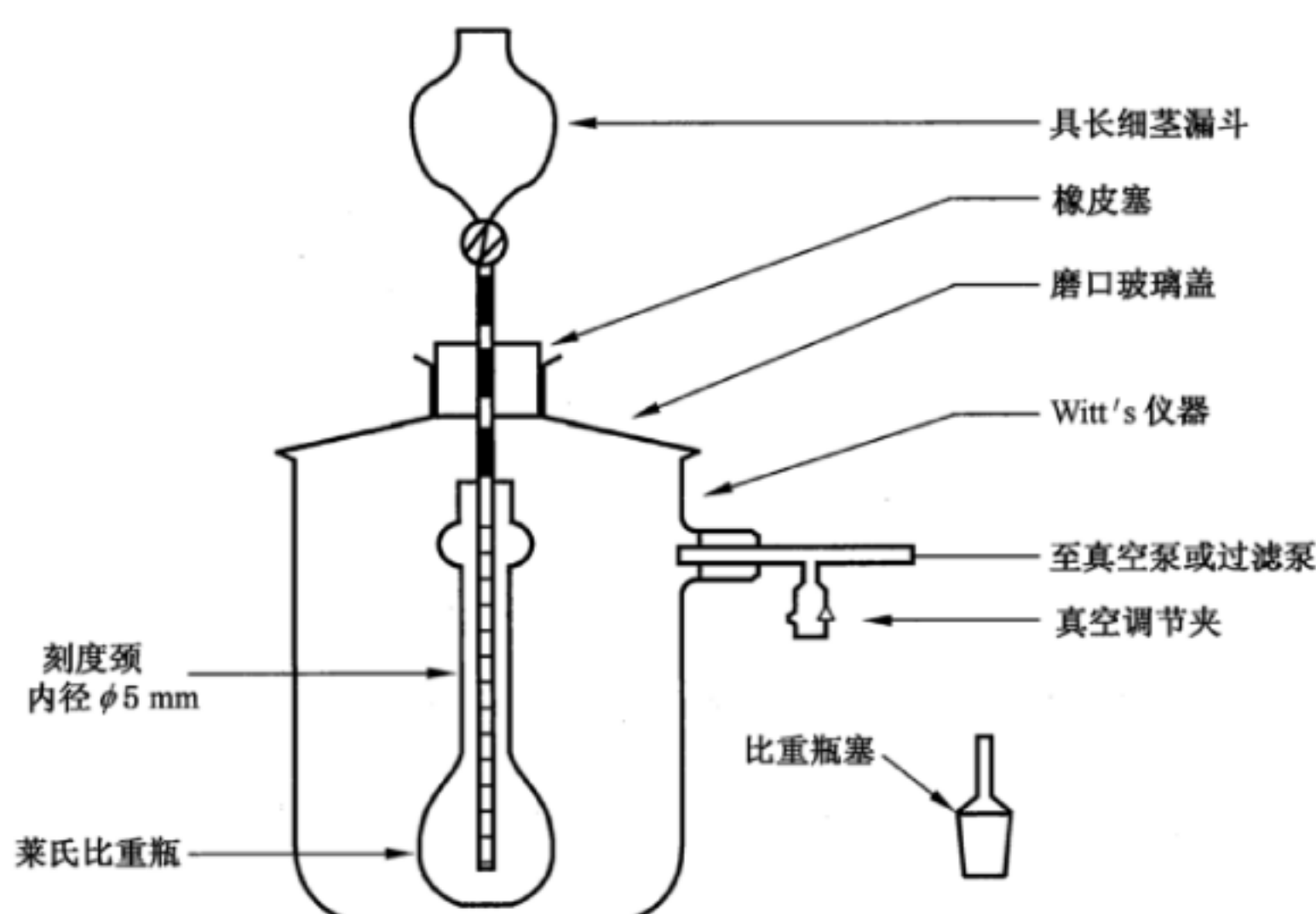


图2 莱氏比重瓶真空灌装装置

### 5.3 样品制备

按 GB/T 13216 抽取样品。由于甘油极易吸潮,样品必须密封于玻璃瓶中,并在远离潮湿空气处储藏,样品以仅装至瓶的三分之二高度为宜,以便混匀样品。

### 5.4 分析步骤

#### 5.4.1 比重瓶的校正

5.4.1.1 洗净并干燥比重瓶,用稍蘸丙酮的无纤维的布轻轻擦拭比重瓶外壁以消除静电。静置 2 min~3 min 后,称取空瓶及瓶塞的质量,精确至 0.1 mg。

5.4.1.2 利用灌装设备之一,将刚煮沸并冷却至稍低于 20 °C 的水装至一较低的刻度线。小心不可弄湿液面以上的瓶颈内壁。盖好瓶塞并将比重瓶放入水浴至少 10 min。根据液面读出刻度。取出比重瓶,用蘸有丙酮的布拭擦干,静置 2 min~3 min 后称量,精确至 0.1 mg。差量法计算比重瓶中水的表观质量。

5.4.1.3 加少量水,逐次提高液面到刻度的三分之一、三分之二处,最后升至刻度的顶端。液面每提高下一个刻度线,均要作重复调整温度的操作,以下按 5.4.1.2 进行读数和称重。

5.4.1.4 计算 20 °C 水的容积,按照四种刻度线读数,用式(3)计算:

$$V = \frac{m_1 + A}{\rho_{\text{水}}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$V$  ——20 °C 水的容积,单位为毫升(mL);

$m_1$  ——20 °C 时,到达四个刻度线时,分别称得的水的表观质量,单位为克(g);

$\rho_{\text{水}}$  ——水在 20 °C 时密度,0.998 2 g/mL;

$A$  ——空气浮力校正,由式(4)确定。

$$A = \rho_{\text{空}} \times m_1 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$m_1$ ——20℃时充满比重瓶所需水的表观质量，单位为克(g)；

$\rho_{\text{空}}$ ——20℃时空气的密度，0.001 2 g/mL。

水在 20℃的表观质量  $m_1$  (以 g 计)，约等于其容积 (以 mL 计)。按式(3)计算结果所致的差值，不影响第四位小数。

从所得的数值，计算连续两个刻度之间的平均容积以及升至到第一刻度线的比重瓶的平均容积。

绘制一个比重瓶每个刻度线的容积校正表，以核对整个颈部的刻度是否均匀。

如果比重瓶颈部在整个高度上不均匀，弃去此瓶。

注 1：如需测定与 20℃水相比的试样在 20℃时空气中的密度，则其校正方法更为方便。用水在 20℃的表观质量替代容积，此时不需作空气的浮力校正。从四个刻度线的每一个所得到的质量读数，分别计算下述两情况下，水在 20℃的平均表观质量：

——连续两个刻度线之间；

——升到第一刻度线时的整个比重瓶内。

注 2：绘制一个校正表，给出 20℃时每个刻度线上比重瓶所含水的表观质量。

## 5.4.2 测定

5.4.2.1 按 5.4.1.1 所述操作，洗净、干燥并称量比重瓶，用灌装设备将预先冷至略低于 20℃的试样充满刻度线处，避免形成空气泡及沾湿液面以上颈部的内壁。重新盖好比重瓶塞，放入水浴内至少 30 min。

5.4.2.2 按液面读取刻度线，取出比重瓶，用布蘸丙酮擦拭，称量并用差量法计算得到试样的表观质量。

## 5.5 结果计算

按式(5)计算试样在 20℃时的密度( $d$ )：

$$d = \frac{m_2 + A}{V} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中：

$d$  ——20℃时的密度，单位为克每毫升(g/mL)；

$m_2$  ——试样表观质量，单位为克(g)；

$V$  ——试样到达刻度处的比重瓶容积，单位为毫升(mL)；

$A$  ——空气浮力校正值，由式(6)确定。

$$A = \rho_{\text{空}} \times V \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中：

$\rho_{\text{空}}$  ——20℃时空气的密度，0.001 2 g/mL；

$V$  ——试样到达刻度处的比重瓶容积，单位为毫升(mL)。

报告结果精确至 0.001 g/mL，本法精密度以绝对值计为 0.000 5 g/mL 数量级。

## 6 方法三——带温度计比重瓶法

### 6.1 方法提要

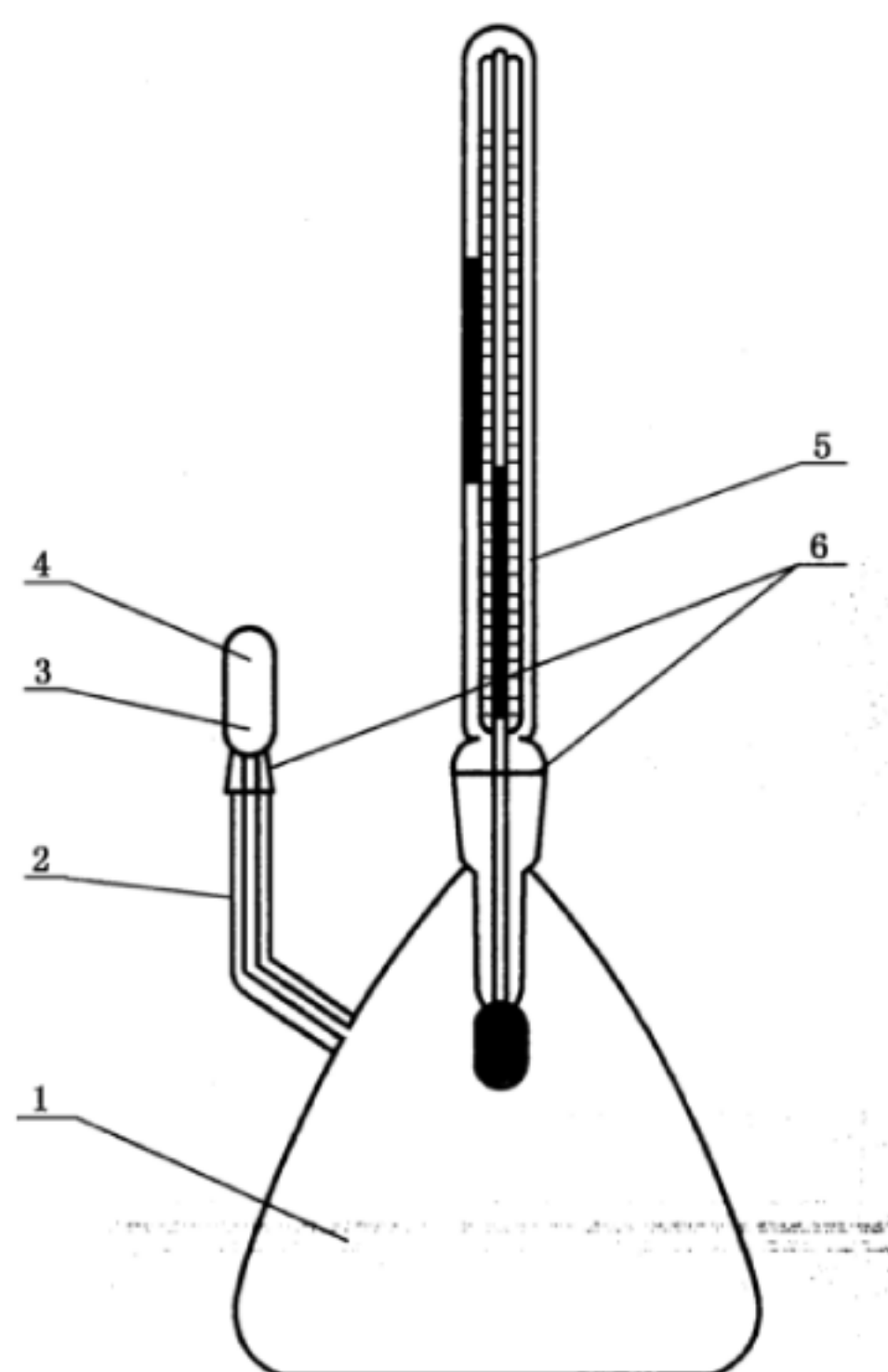
测定空比重瓶的质量和装满 20℃水的质量，计算比重瓶的容积；测定比重瓶装满试样后的试样的质量，计算甘油 20℃时的密度。

### 6.2 仪器

6.2.1 比重瓶(见图 3)：容量 25 mL 或 50 mL，带有温度计，温度计分刻度为 0.2℃。

6.2.2 水浴：水浴温度能维持在 $(20 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 。

6.2.3 分析天平：感量 0.1 mg。



说明：

- 1——比重瓶主体；
- 2——毛细测管；
- 3——帽；
- 4——排气孔；
- 5——温度计；
- 6——玻璃磨口接头。

图3 带温度计的比重瓶

### 6.3 样品制备

按 GB/T 13216 抽取样品。由于甘油极易吸潮，样品必须密封于玻璃瓶中，并在远离潮湿空气处储藏，样品以仅装至瓶的三分之二高度为宜，以便混匀样品。

### 6.4 分析步骤

#### 6.4.1 比重瓶的校正

6.4.1.1 洗净并干燥比重瓶，用蘸有丙酮的布轻轻擦拭比重瓶以消除静电。静置 2 min~3 min 后，称量带温度计及侧管玻璃罩的空瓶，精确至 0.1 mg。

6.4.1.2 用刚煮沸并冷却至稍低于  $20^\circ\text{C}$  的水充满比重瓶，插入温度计（瓶中应无气泡）。将比重瓶置于水浴中，至比重瓶温度计达  $20^\circ\text{C}$  并至少保持 10 min。取出比重瓶，用滤纸擦去溢出侧管的水，立即盖上玻璃罩。用无纤维布擦干外表，并用蘸有丙酮的布擦抹。静置 2 min~3 min 后，称量比重瓶，精确至 0.1 mg。差量法计算比重瓶中水的表观质量。



## 6.4.2 测定

6.4.2.1 倒空比重瓶,用丙酮冲洗并干燥,然后加入预先冷却至稍低于 20℃的试样充满至瓶颈上一半处,防止形成气泡。插入温度计,用略低于 20℃的水冲洗瓶的外部,将瓶浸入水浴中,至比重瓶温度达 20℃并至少保持 30 min。

6.4.2.2 取出比重瓶,用滤纸擦去溢出侧管的试样,立即盖上玻璃罩。用无纤维布擦干外表,并用蘸有丙酮的布擦拭。静置 2 min~3 min 后,称量比重瓶,精确至 0.1 mg。差量法计算比重瓶中试样的表观质量。

## 6.5 结果计算

按式(7)计算试样 20℃密度( $d$ ):

$$d = \frac{\rho_{\text{水}}(m_2 + A)}{m_1 + A} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$d$  ——20℃时的密度,单位为克每毫升(g/mL);

$m_1$  ——20℃时充满比重瓶所需水的表观质量,单位为克(g);

$m_2$  ——试样的表观质量,单位为克(g);

$\rho_{\text{水}}$  ——20℃时水的密度,0.998 2 g/mL;

$A$  ——空气浮力校正值,由式(8)确定。

$$A = \rho_{\text{空}} \times m_1 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$m_1$  ——20℃时充满比重瓶所需水的表观质量,单位为克(g);

$\rho_{\text{空}}$  ——20℃时空气的密度,0.001 2 g/mL。

水在 20℃的表观质量  $m_1$ (以 g 计),约等于其容积(以 mL 计)。按式(7)计算结果造成的差值,不影响第四位小数。

## 7 方法四——U 型振动管密度计法

### 7.1 方法提要

将少量试样(约 1 mL~2 mL)注入 U 型振动管密度计中,当 U 型振动管密度计中试样的温度达到设定温度后,记录振动频率或周期,用事先得到的 U 型振动管密度计常数计算试样的密度。新型数字式 U 型振动管密度计在试样注入 U 型振动管后会直接显示密度值。

### 7.2 仪器

U 型振动管密度计:经标定,密度分辨率为  $\pm 0.1 \text{ kg/m}^3$  或更高。密度计显示的数字结果一般有两种,一种为密度值,另一种为用来计算密度值的振动周期。该密度计应包含以下部件:

- 循环恒温浴:如果需要恒温浴,要能使循环液体的温度保持在  $(20 \pm 0.05)^\circ\text{C}$  内,温度控制单元可作为密度计的一部分;
- 已校准的温度传感器:用于测量 U 型振动管密度计内试样的温度,精确到至少  $\pm 0.10^\circ\text{C}$ 。通过试样管的能量传递速率是很低的,因此为了使沿导线进出试样管的热量传递最小,应注意使用导线很细的传感器。

### 7.3 样品制备

按 GB/T 13216 抽取样品。由于甘油极易吸潮,样品必须密封于玻璃瓶中,并在远离潮湿空气处储

藏,样品以仅装至瓶的三分之二高度为宜,以便混匀样品。

## 7.4 分析步骤

7.4.1 当 U 型振动管密度计用干燥空气充满时,检查密度计读数,并与 20 °C 时干燥空气的标准值比较,应在其最小有效数字 $\pm 1$  范围内。如果达不到,应重新清洗和干燥 U 型振动管,并再次检查。如果读数仍然超差,应重新标定密度计。

7.4.2 用合适的注射器或自动取样器把试样注入 U 型振动管密度计中,按说明书中要求充满 U 型振动管。

7.4.3 不能使用虹吸样品的方法进样,因其可造成轻组分的损失。样品应加入注射器,然后注入 U 型振动管密度计,或用自动进样器通过压力把样品压入仪器中。

7.4.4 当手动注射样品时,注射前打开 U 型振动管密度计的照明灯,按仪器说明书的要求边进样边检查 U 型振动管内是否有气泡。如果发现有气泡,应清空 U 型振动管,重新进样。

进样后,立即关闭照明灯,因为灯产生的热量会影响 U 型振动管的温度平衡。

7.4.5 当使用自动进样器时,要加倍进样或采用检查样品办法,以便检查由气泡产生的误差并监测系统性能。

7.4.6 当密度计显示的密度读数稳定在  $0.1 \text{ kg/m}^3$  或振动周期达到五位有效数字时,记录显示的密度值和 U 型振动管的温度,温度值精确至  $0.1 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

注:如果振动周期或密度读数一直在漂移,说明 U 型振动管的温度还没达到平衡。读数随机变化,一般表明 U 型振动管中存在有空气或气泡,这种情况下,应重新进样。

7.4.7 试验结束后用水洗涤 U 型振动管密度计,再用清洁的干燥空气吹干。

## 7.5 结果计算

如果密度计显示的是振动周期,按照制造厂说明书计算样品的密度。

## 7.6 报告

密度结果报告至  $0.000 1 \text{ g/cm}^3$ 。

## 7.7 精密度

### 7.7.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用同一仪器,按照相同的测试方法,对同一样品相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值应不大于  $0.000 2 \text{ g/cm}^3$  (95%置信水平)。

### 7.7.2 再现性

在不同实验室,由不同操作者使用不同仪器,按照相同的测试方法,对同一样品相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值应不大于  $0.000 5 \text{ g/cm}^3$  (95%置信水平)。