



中华人民共和国国家标准

GB/T 29617—2013

数字密度计测试液体密度、相对密度 和 API 比重的试验方法

Determination of density, relative density, and API gravity
of liquids by digital density meter

2013-07-19 发布

2013-12-15 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

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 定义	1
4 方法提要	2
5 意义和用途	2
6 仪器	2
7 试剂和材料	3
8 取样	3
9 仪器准备	4
10 仪器校准	4
11 质量控制检查	6
12 试验步骤	6
13 计算	7
14 报告结果	7
15 精密度	7

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D4052-09《数字式密度计测定液体密度和相对密度以及 API 比重的标准试验方法》制定。

为了适合我国国情,本标准在采用 ASTM D4052-09 时进行了修改。本标准与 ASTM D4052-09 在技术内容上主要有以下差异:

- 规范性引用文件中引用我国相应的国家标准及行业标准。
- 重复性和再现性文字按照我国的习惯进行表述。
- 增加了 API 比重术语和意义相关内容。
- 测试步骤中取消对手动进样及自动进样分单次和两次平行测定的区别,统一为两次平行测定,并删除了单次测定相关内容。

本标准由全国质量监管重点产品检验方法标准化技术委员会(SAC/TC 374)提出并归口。

本标准负责起草单位:深圳市计量质量检测研究院、中检华纳(北京)质量技术中心有限公司。

本标准主要起草人:李思源、赵彦、黄开胜、杨万颖、周永生、陈泽虹、徐董育、黄伟林、季明、张世元、陈彦贞。

数字密度计测试液体密度、相对密度 和 API 比重的试验方法

1 范围

- 1.1 本标准规定了在测试温度下成均相液体的石油馏分及黏性油的密度、相对密度以及 API 比重的试验方法。
- 1.2 本标准适用于在测试温度下,蒸气压低于 100 kPa,运动黏度不大于 15 000 mm²/s 液体样品。对于蒸气压大于 100 kPa 的情况,如果确定 U 型振荡管中没有气泡存在(气泡的存在将影响测试结果)也可进行试验。本标准适用的产品包括但不限于:汽油、柴油、喷气飞机燃料、基础油、蜡和润滑油等。
- 1.3 本标准所讨论的精密度是在 15 ℃下获得,蜡在 15 ℃下呈固态,因此本标准所讨论的精密度不适用于蜡的密度测试结果。对于蜡的检测,仪器宜配置一个高温控制装置,确保样品注入试样管时为液态。在使用高温控制装置时,应咨询仪器制造商以得到适当的操作和安全指导。
- 1.4 本标准不适用于无法确定是否存在气泡的深色液体样品。
- 1.5 本标准采用国际单位制,特殊说明的情况除外。
- 1.6 本标准并未对所有的安全事项进行阐述,标准中有注明的,请遵照执行。用户在使用本标准之前,应建立适当的安全和防护措施并制定相应的制度。

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 1885 石油计量表(GB/T 1885—1998, eqv ISO 91-2:1991)
 GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998, eqv ISO 3170:1988)
 GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696—1987, MOD)
 SY/T 5317 石油液体管线自动取样法
 ASTM D 287 原油和石油产品 API 比重的标准试验方法(液体比重计法)[Standard Test Method for API Gravity of Crude Petroleum and Petroleum Products(Hydrometer method)]
 ASTM D 1250 石油计量表(Standard Guide for Use of the Petroleum Measurement Tables)

3 定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

密度 density

在规定温度下,单位体积内所含物质的质量数,以 g/cm³、g/mL 或者 kg/m³ 表示。

3.2

相对密度 relative density

物质在给定温度下的密度与给定温度下标准物质的密度之比值。

3.3

API 比重 API gravity

美国石油协会用来表示油品比重的一种约定尺度。相应温度下的相对密度(比重)的特定函数,其关系式为:

式中：

ρ_{SG} ——指 15.56 ℃下样品相对于 15.56 ℃下水的相对密度。

3, 4

调试 adjustment

通过设置和调整密度计的参数,使密度计达到适合操作的过程。

注：对某些新的、商品化的数字密度计来说，要进行调试，而不仅仅是校准。调试过程使用干燥的空气和刚煮沸并冷却的二次蒸馏水作为标准物质，以建立操作温度范围下的测试线性关系。

35

校准 calibration

在规定条件下,为确定测量仪器或测量系统所指示的量值,或实物量具或参考物质所代表的量值,与对应的由标准所复现的量值之间关系的一组操作。

4 方法摘要

利用手动或自动进样设备,将少量液体样品(大约 1 mL~2 mL)注入振荡管中。由于振荡管的质量改变导致管的振荡频率(或周期)也会改变。利用频率以及事先校准数据就可测试样品的密度、相对密度或 API 比重。

5 章义和用途

- 5.1 密度是物质的基本物理性质,对石油和石油产品而言,它可以结合其他性质一起来表征石油和石油产品的轻重组分。
 - 5.2 测试石油和石油产品密度、相对密度和 API 比重,对将其在测试温度下的体积转换为某些特定温度(如 20 °C 或 15 °C)下的体积是十分必要的。
 - 5.3 API 比重是表征石油产品质量的一个重要指标,它结合其他性质能了解烃类的近似组分及其热值。

6 仪器

- 6.1 数字密度计:由 U型振荡管、电子激发系统、频率计数器和显示器等构成的数字密度分析仪器。数字密度计在测试时应能准确地调节样品的温度或者能按 6.2 所述控制样品温度,且应达到本标准所规定的精度要求。

6.2 循环恒温浴(可选设备):能使循环液体的温度保持在要求温度 ± 0.05 °C 的范围内,温度控制单元可作为数字密度计的一部分。

6.3 注射器:用于手动进样,容量不少于 2 mL,有尖端或者适配尖端,与振荡管的开口端相匹配。对于溶解性能很强的样品宜使用玻璃注射器,不宜使用医用一次性注射器。

6.4 流通器(或称压力适配器):通过泵、压力或者真空装置,使样品导入 U型振荡管(可选设备)。

注：对于容易引起轻组分损失的样品不宜采用真空取样，因为易形成气泡。使用流通器方法取样时，建议为样品容器配置特殊的盖子或阀门，防止来自压力泵的空气取代部分测试样品进入 U 型振荡管。

6.5 自动进样器：用于自动进样分析的装置。自动进样器的设计应确保测试前及测试过程中样品的完整性，并且使进入数字密度计的样品具有代表性。

6.6 温度传感器：温度测试准确度能达到 $\pm 0.05\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，如果使用液体玻璃温度计作为温度传感器，至少应该精确校准至 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 分度，并配备与仪器连接的温度传感器座，用于设置测试温度和监测温度变化情况。校准温度计的时候，冰点和连接孔应该精确到 $0.05\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。对于非水银温度计，温度传感器应该每年至少用经认证的和可溯源的标准校准一次。

6.7 超声波浴：不带加热(可选)，具有合适的尺寸以容纳装样的容器，主要用于分析黏性样品前去除样品中夹带的气泡。

7 试剂和材料

除非另有规定，本方法使用的试剂均为分析纯，允许使用其他更高纯度的试剂。

7.1 水

应符合 GB/T 6682 的二级或更高等级要求。经二次蒸馏，使用前煮沸除去溶解的空气并冷却的新鲜水可作为校准的标准物质。

7.2 清洗溶剂

例如，石脑油(注意：易燃品)，或者其他能彻底地清洗、去除 U 型振荡管里样品的溶剂，对仪器应无腐蚀。

7.3 丙酮(注意：易燃品)

用于清洗和干燥 U 型振荡管。

7.4 干燥的空气

用于吹扫干燥试样管和作为校准的标准物质。

8 取样

8.1 取样：是指从管路、罐或其他任何系统中获取有代表性的部分样品，并转入实验室检测容器中的过程。容器体积和样品量应满足能取得代表性样品的要求。

8.2 实验室样品：指按 GB/T 4756 或 SY/T 5317 要求取样得到的代表性样品。

8.3 测试样品：指取自实验室样品，用于注入密度计试样管的小部分样品。获得测试样品的步骤见 8.4 和 8.5。

8.4 为得到均匀的样品，需对样品进行混合，但要注意避免产生气泡，样品混合时应按照 GB/T 4756 和 SY/T 5317 要求进行。室温下在敞口的容器中混合样品容易导致一些样品的挥发性组分损失(例如，汽油)，因此，对于这些易损失挥发组分的样品，应在密闭的耐压容器中或者低温下进行混合。对于黏性润滑油这些容易携带气泡的样品，在不加热的情况下进行超声波振荡 10 min 能有效去除样品中的气泡(见 6.7)。

8.5 可使用合适的注射器从混合好的实验室样品中吸取测试样品。如果密度计附带了合适的吸样部件和连接管等附件(或自动进样装置)，则可将混合样品容器中的样品直接导入密度计的 U 型振荡

管中。

9 仪器准备

调整恒温浴或内部温度控制器达到测试要求的温度，并使密度计 U 型振荡管保持在设定温度。在与测试样品密度或相对密度相同的温度下进行仪器校准，或在分析样品前按 3.4 进行仪器调试。

注：精确的设置和控制试样管中的测试温度极其重要，以 mg/L 为单位时，0.1 °C 的温度偏差将导致密度结果小数点后第四位的变化。

10 仪器校准

10.1 仪器首次安装、改变测试温度(仪器能自动调试除外),或者质量控制样品结果异常时,应对仪器进行校准。

10.2 当对仪器进行校准时,应根据试样管里分别充满空气和水(见 7.1)时得到的振动周期计算常数 A 和常数 B。其他,如正壬烷、正十三烷、环己烷和正十六烷(用于高温)等标准物质,只要有证和可溯源至国家标准也可使用。

注：某些新推出的仪器具有全量程自动黏度修正功能，此功能可以最大程度地消除密度测试过程中由样品黏度引起的潜在偏差。

10.2.1 当测试振动周期 T 时,先用清洗剂,后用丙酮,再用干燥空气干燥样品管。污染或潮湿的空气将影响校准结果,因此,当存在这种情况时,应将用于校准的空气预先通过适当的净化和干燥装置。同时,应将 U 型管的进、出口端相互连接密闭以防止潮湿空气进入。

10.2.2 当 U 型管内的干燥空气在测试温度下达到热平衡时, 记录此时空气的振动周期 T_0 值。

10.2.3 使用适当的注射器或按 6.4~6.5 所述装置,吸取少量(大约 1 mL~2 mL)水(见 7.1)注入到试样管中。测试管中的水应均匀、不存在气泡。当读数稳定,记录水的振动周期 T_w 值。

10.2.4 根据式(2)计算测试温度下空气密度:

$$d_a = 0.001\ 293 \times \frac{273.15}{t} \times \frac{p}{101.3} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中：

d_{a} —— 测试温度下的空气密度, 单位为克每毫升(g/mL);

t ——测试温度, 单位为开尔文(K);

p — 大气压, 单位为千帕(kPa)。

10.2.5 从表1中查得该测试温度下水的密度。

10.2.6 利用观察到空气和水的振动周期值、空气和水的密度值,通过公式(3)、公式(4)计算常数A和B:

式中：

T_w ——试样管内为水时观测的振动周期, 单位为秒(s);

T_a ——试样管内为空气时观测的振动周期, 单位为秒(s);

d_w ——测试温度下水的密度，单位为克每毫升(g/mL)；

d_a ——测试温度下空气的密度，单位为克每毫升(g/mL)。

如果使用其他校准液体，则使用相应的振动周期 T 值和 d 值。

表 1 水的密度

温度/℃	密度/(g/mL)	温度/℃	密度/(g/mL)	温度/℃	密度/(g/mL)
0.0	0.999 840	21.0	0.997 991	40.0	0.992 212
3.0	0.999 964	22.0	0.997 769	45.0	0.990 208
4.0	0.999 972	23.0	0.997 537	50.0	0.988 030
5.0	0.999 964	24.0	0.997 295	55.0	0.985 688
10.0	0.999 699	25.0	0.997 043	60.0	0.983 191
15.0	0.999 099	26.0	0.996 782	65.0	0.980 546
15.56	0.999 012	27.0	0.996 511	70.0	0.977 759
16.0	0.998 943	28.0	0.996 231	75.0	0.974 837
17.0	0.998 774	29.0	0.995 943	80.0	0.971 785
18.0	0.998 595	30.0	0.995 645	85.0	0.968 606
19.0	0.998 404	35.0	0.994 029	90.0	0.965 305
20.0	0.998 203	37.78	0.993 042	100	0.958 345

注：本表为 1990 年的国际温标(ITS90)的密度，引自伦敦石油协会 1991 年石油及产品分析的标准方法附录 G。

10.2.7 如果仪器具有从常数 A、B 和样品测量的振动周期 T 值自动计算密度的功能，则按照仪器生产商的说明输入常数到仪器中进行计算。

10.2.8 按 10.3 所述进行日常常规校准检查，必要时则进行调试。

10.2.9 按 10.2.1~10.2.7 的步骤校准相对密度，用 1.000 替代式(3)中的 d_w 进行计算。

10.3 根据需要每周对常数 A 值和 B 值进行检查并调试。通常因试样管中有日常洗涤无法去除的残留物时才需对仪器进行校准值。虽然这种情况能通过调整常数 A 值和 B 值进行弥补，但建议最好用强氧化性酸(警告——公认的致癌物，能引起严重灼伤)彻底地清洗试样管后再进行调试。

10.3.1 按 10.2.1 所述清洗并干燥试样管，直到仪器达到稳定值。如果所显示的该温度下空气密度值不正确，则重复清洗程序，或者从最后一位数开始调整常数 B 值，直至仪器显示正确的空气密度值。

10.3.2 若在 10.3.1 中需要对常数 B 值进行调整，则按 10.2.3 所述在试样管中用水(见 7.1)重新进行校正，待仪器显示稳定读数。如果已标定仪器显示的密度值不正确，则从常数 A 值的小数点后最后一位开始调整，直至仪器显示该温度下正确的水的密度值；如果仪器显示的是相对密度值，则调整至显示值为 1.000 0。

注：在进行每周校正时，可能发现多于一组的 A 值和 B 值，它们第四位小数有区别，但是都能得到正确的空气和水的密度值。设置的选择取决于结果读数接近上界值还是下界值，通过该方法确定的设置将对样品结果的第四位数产生影响。

10.4 某些型号的密度计仅能显示振动周期 T 值，校准此类仪器需测试仪器常数 K 值，常数 K 值是通过密度或相对密度计算得到的。

10.4.1 按 10.2.1 所述清洗和干燥试样管，待仪器显示稳定的读数，记录空气的振动周期 T_a 值。

10.4.2 按 10.2.3 所述注入水(见 7.1)于试样管中，待仪器显示稳定的读数，记录水的振动周期 T_w 值。

10.4.3 利用测试的空气和水的振动周期 T 值，和由 10.2.4 和 10.2.5 得到的密度值，使用公式(5)计算仪器常数 K：

$$K_1 = \frac{d_w - d_a}{T_w^2 - T_a^2} \quad \dots \dots \dots (5)$$

$$K_2 = \frac{1.000\ 0 - d_a}{T_w^2 - T_a^2} \quad \dots \dots \dots \quad (6)$$

式中：

K_1 ——密度测试时仪器常数；

K_2 ——相对密度测试时仪器常数；

T_w ——试样管充满水时观测的振动周期,单位为秒(s);

T_0 —试样管充满空气时观测的振动周期,单位为秒(s);

d_w ——该测试温度下水的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

d_1 ——该测试温度下空气的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

11 质量控制检查

11.1 仪器使用期间,通过分析一个具有代表性的质控样品(QC 样),每周至少对仪器进行一次检查,只要对一个质控样品进行分析即可,采用控制图技术对测试结果进行分析,确保仪器数据处于可控状态。如果质控样品的分析结果超出实验室的控制限,表明需要对仪器进行校准或调试。实验室宜配备充足的质控样品以备使用;且在预期的储存条件下质控样品是均质稳定的。在质控检测之前,操作者宜确定质控样品(QC 样)的平均水平和控制限。为确保质控样品数据的质量,应用本标准的精密度检查质控样品(QC 样)的精密度。

11.2 尽管不是强制性的,但推荐定期测定有证的标准物质(如可追溯至国家标准)来验证测定的准确性,此有证的标准物质应有别于校准仪器时所用的标准物质。

12 试验步骤

12.1 手动进样

12.1.1 用合适的注射器或者按 6.4 所述的装置把少量样品(大约 1 m~2 mL)注入密度计清洁干燥的 U 型振荡管中。

12.1.2 也可采用虹吸方式进样,将聚四氟乙烯毛细管接在试样管人口端,毛细管的另一端则浸入样品中,用注射器或真空管在试样管出口端吸气将样品吸进试样管中(见6.4注)。

12. 1. 3 打开照明灯仔细检查 U 型振荡管, 确保 U 型振荡管中试样无气泡, 且试样液面超过右边的悬挂点(对于具备自我检查气泡功能的仪器可以省略此步骤)。样品必须均匀无气泡, 如果存在气泡必须重新进样, 并再次检查是否存在气泡。

注：如果样品颜色太深以致不能确定气泡的存在时，则此试验结果不适用于第 15 章所述的精密度评价。

12.1.4 对于大多数密度计而言，在注入样品并检查气泡后，宜立即关闭照明灯，因为照明灯产生的热量会影响测试温度。但是也有一些新型的密度计，不关闭照明灯对结果也不会产生影响。宜根据仪器指导书决定是打开还是关闭照明灯。

12.1.5 当仪器稳定地显示出四位数字的密度值、相对密度值、API 比重和五位有效数字的振动周期 T 值时, 表示已经达到温度平衡, 这时可按需要记录密度值、相对密度值、API 比重或者振动周期 T 值。

12.1.6 精密度评价采用两次平行手动进样取平均值的方式,即在一次进样后再重复12.1.1~12.1.5步骤。如果两次测试密度结果之差满足重复性要求,对两次测试结果取平均值,否则放弃这两次测试结果重新取样测试直到满足以上要求。平均结果满足精密度要求的测试数据才作为报告结果。

12.2 自动进样

12.2.1 使用自动进样器(见 6.5)进样时应注意自动进样器一般都有适合的样品黏度范围, 在利用自动进样器进样时应特别注意。

动进样器测试黏度较大的样品时,在测试前要按照仪器使用说明进行设定,以确保测试样品的完整性及代表性。

12.2.2 实验室用自动进样器对汽油、馏分油、基础油或者润滑油进行密度、相对密度及 API 比重平行测试时,两次结果之差也要满足重复性的要求,取满足该要求的两次测试数据的平均值作为报告结果。如果两次结果之差超出这个范围,则要放弃数据,重新取样测试,直到满足上述要求。如果始终达不到这个要求,实验室需进行核查,并采取适当的措施使测试结果满足要求后才可进行随后的分析。

12.2.3 用适当的方式记录测得的密度、相对密度或 API 比重，或三者中部分的组合。

13 计算

13.1 自动计算型密度计：可直接记录或打印测试结果。测试结果表示为密度或相对密度，密度的单位为 g/cm^3 、 g/mL 或 kg/m^3 。

13.2 非自动计算型密度计:利用所测得样品的振动周期 T_s 值和水的振动周期 T_w 值,以及按 10.4.3 所述测试得到的仪器常数 K 值,按照公式(7)和(8)计算密度(单位为 g/cm^3 、 g/mL 或 kg/m^3)或相对密度。所有计算保留六位有效数字,测试结果修约至四位有效数字。

$$\text{密度}(t) = d_w + K_1 \times (T_e^2 - T_w^2) \quad \dots \dots \dots \quad (7)$$

$$\text{相对密度} (t/t_0) = 1 + K_2 \times (T_s^2 - T_w^2) \quad \dots \dots \dots \quad (8)$$

式中：

t ——测试温度, 单位为摄氏度(°C);

T_w —试样管充满水时观测的振动周期,单位为秒(s);

T_0 ——试样管充满样品时观测的振动周期,单位为秒(s);

d_w ——测试温度下水的密度,单

K_1 ——密度计算时的仪器常数；

13.3 如果将密度计的测试结果转化为另一温度下的密度、相对密度,可以使用 GB/T 1885 作为指导。

注：对于特定类型样品的分析，在用本方法得出密度、相对密度的结果，或两者组合基础上，使用 ASTM D 1250 中

平行测试两次,取两次测试结果的平均值作为

密度报告结果必须包含测试温度和单位。

示例：密度(20℃)=0.8765 g/mL 或 876.5 kg/m³。

2 相对密度报告结果包含测试温度

示例：相对密度， $(20^{\circ}\text{C}/20^{\circ}\text{C}) = 0.876$ g/cm³。

14.3 密度或相对密度的报告结果需保留四位有效数字，如 1.2345 。

14.4 API 比重的报告结果需精确到 0.1 API。

15 緒論

按上述规定判断试验结果的可靠性(95%的置信水平)。方法的精密度来自多个实验室15℃下的

测试结果,测试统计结果如下。

15.1 重复性 r

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,对同一试样测试获得的两个试验结果之差不能超过表 2 中的数值。

表 2 密度(g/mL)、相对密度和 API 比重

密度(g/mL)、相对密度		API 比重	
范围	重复性	范围	重复性
0.71~0.78	0.000 31	51~66	0.063
0.80~0.88	0.000 11	29~45	0.022

15.2 再现性 R

在不同的实验室,由不同操作者使用不同的仪器,按照相同的测试方法,对同一试样测定的两个单一、独立的试验结果之差不能超过表 3 中的数值。

表 3 密度(g/mL)、相对密度和 API 比重

密度(g/mL)、相对密度		API 比重	
范围	再现性	范围	再现性
0.71~0.78	0.001 95~0.031 5 ($D-0.75$)	51~66	0.60+0.037 ($G-60$)
0.80~0.88	0.000 50	29~45	0.128

注 1: D 为检测得到的密度或相对密度。
注 2: G 为检测得到的 API 比重。

中华人民共和国
国家标 准
数字密度计测试液体密度、相对密度
和 API 比重的试验方法

GB/T 29617—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 18 千字
2013 年 8 月第一版 2013 年 8 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-47489 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 29617-2013