



Republica Moldova

MINISTERUL ECONOMIEI

ORDIN Nr. 232
din 19.12.2016

**cu privire la aprobarea procedurii de măsurare legală
PML 14-03:2016 ”Procedură de măsurare legală.
Măsurarea densității preambalatelor”**

Publicat : 10.03.2017 în Monitorul Oficial Nr. 73-77 art Nr : 495

În temeiul art. 6 alin. (5) și art. 14 din Legea metrologiei nr. 19 din 4 martie 2016 (Monitorul Oficial al Republicii Moldova, 2016, nr.100-105, art.190),

ORDON:

1. Se aprobă procedura de metrologie legală:
- PML 14-03:2016 ”Procedură de măsurare legală. Măsurarea densității preambalatelor” (conform anexei).
2. Prezentul ordin se publică în Monitorul Oficial al Republicii Moldova și pe pagina web a Ministerului Economiei.
3. Se pune în sarcina Institutului Național de Metrologie plasarea prezentului ordin pe pagina sa web și publicarea acestuia în revista de specialitate ”Metrologie”.

VICEPRIM-MINISTRU,
MINISTRUL ECONOMIEI

Octavian CALMÎC

Nr. 232. Chișinău, 19 decembrie 2016.

PROCEDURĂ DE MĂSURARE LEGALĂ MĂSURAREA DENSITĂȚII PREAMBALATELOR

I. DIZPOZIȚII GENERALE

1. Prezenta procedură de măsurare legală stabilește metodele de determinare a densității preambalatelor utilizate în activitatea de control metrologic legal al preambalatelor, în cazul măsurărilor indirecte a volumului real al preambalatelor marcate în unități de volum;

2. Prezenta procedură este elaborată în conformitate cu:

- Regulamentul General de Metrologie Legală de stabilire a normelor privind cantitățile nominale ale preambalatelor, aprobat prin Hotărîrea Guvernului RM Nr. 907 din 04 noiembrie 2014.

3. Termenii utilizați în prezenta procedură de măsurare legală sunt definiți în:

- Legea metrologiei nr. 19 din 04 martie 2016;
- Regulamentul General de Metrologie Legală de stabilire a normelor privind cantitățile nominale ale preambalatelor, aprobat prin Hotărîrea Guvernului RM Nr. 907 din 04 noiembrie 2014;
- SM SR Ghid ISO/CEI 99:2012 Vocabular internațional de metrologie. Concepte fundamentale și generale și termeni asociați (VIM).

4. În conformitate cu Sistemul Internațional de Unități de Măsură SI densitatea este o mărime derivată, definită ca raportul dintre masa (m) unei substanțe și volumul (V) acestei substanțe, dacă măsurarea masei substanței a fost făcută în vid. Unitatea de măsură SI pentru densitate este kilogram pe metru cub (kg/m^3).

Densitatea este o mărime dependentă de temperatură, fiind invers proporțională cu aceasta. Valoarea densității este, în general, dată la temperatura de referință de 20°C . În cazul în care măsurarea densității are loc la altă temperatură t decît temperatura de referință este necesară corecția rezultatului măsurării în dependență de temperatură conform formulei

$$\rho = \rho_t [1 + \gamma(t - 20)]; \quad (1)$$

unde:

ρ : valoarea densității produsului la temperatura de referință;

ρ_t : valoarea densității produsului măsurată la temperatura t ;

γ : coeficientul de dilatare volumică al produsului.

În cazul în care densitatea produsului se măsoară în intervalul de temperaturii $(20 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$, nu este necesară corecția rezultatului măsurării în dependență de temperatură.

II. SURSE DE ERORI ÎN MĂSURAREA DENSITĂȚII

5. Erorile sistematice în măsurarea densității sunt generate de următoarele cauze:

- 1) Măsurarea la o temperatură care diferă de 20°C fără efectuarea corecțiilor necesare la temperatura de referință;
- 2) Utilizarea mijloacelor de măsurare neadecvate măsurării;
- 3) Efectul forței ascensionale în măsurare;
- 4) Prelevarea neadecvată a probelor.

6. Soluții pentru eliminarea erorilor:

- 1) produsul este adus prin aclimatizare la temperatura de referință și apoi se măsoară densitatea;
- 2) se măsoară temperatura produsului, se măsoară densitatea și se aplică formula de corecție a densității în dependență de temperatură;
- 3) nu se aplică corecții pentru intervalul de temperatură $20^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$;
- 4) utilizarea la măsurare a mijloacelor de măsurare neadecvate:
 - a) mijloc de măsurare neadecvat tipului de produs;
 - b) mijloc de măsurare neadecvat tehnic;
 - c) utilizarea de aparate de cântărit cu funcționare neautomată a căror exactitate și valoare a diviziunii nu corespund celorlalte mijloace de măsurare utilizate în procesul măsurării;
- 5) neluarea în considerare a efectului forței ascensionale în măsurarea masei. Forța ascensională depinde de densitatea aerului și densitatea convențională a greutăților etalon utilizate ρ_g (în practică pentru a compensa această forță se folosesc $\rho_a = 0,0012 \text{ g/ml}$ și $\rho_g = 8,0 \text{ g/ml}$). Se utilizează formula:

$$\text{masa reala} = \text{masa indicata} \times 0,99985 \frac{\text{densitatea produsului}}{\text{densitatea produsului} - 0,0012} \cdot \text{g/ml}$$

- 6) erori datorate incluziunilor de aer în produs. Cauzele apariției incluziunilor de aer pot fi următoarele:

- a) introducerea aerului în produs în timpul fabricației;
- b) introducerea de aer în probe în timpul prelevării acestora;

Soluții de eliminare a erorii incluziunilor de aer:

- a) se măsoară densitatea după eliminarea incluziunilor de aer prin filtrare sau mixare;
- b) dacă incluziunile de aer se datorează umplerii produsului dar nu sunt remanente, se prelevează proba de produs înainte de umplere sau, dacă prelevarea s-a realizat după umplere se lasă un timp suficient până la începerea măsurărilor densității, astfel ca incluziunile de aer să fie eliminate;
- 7) prezența sedimentațiilor: se întâlnește la produsele care conțin mai multe componente cu densități diferite și tendința de a se separa.
 - a) în cazul în care eșantionul este prelevat dintr-o fază neomogenă, se prelevează proba dintr-un alt punct al liniei de preambalare sau se prelevează mai multe eșantioane pentru determinarea densității;
 - b) în cazul în care separarea se produce chiar în probă, se mixează proba înainte de măsurare.

III. ALEGEREA MIJLOACELOR DE MĂSURARE A DENSITĂȚII ÎN FUNCȚIE DE LOCUL EFECTUĂRII MĂSURĂRII ȘI TIPUL PRODUSULUI A CĂRUI DENSITATE SE DETERMINĂ

7. Mijloacele de măsurare a densității:

- Picnometru;
- Plonjor sferic;
- Recipient marcat vertical;
- Recipient umplut cu apă până la brim;
- Areometru (Hydrometer);
- Densimetru electronic portabil;
- Densimetru electronic de laborator;
- Balanță hidrostatică (Mohr);
- Metoda plunjer pentru chituri.

Tabelul 1. Metodele și mijloacele de măsurare se aleg în dependență de produs.

Nr.	Produs	Metodă
1.	Lichide fără CO ₂ sau alte gaze	- Plonjor sferic - Picnometru metalic - Areometru - Densimetru electronic
2.	Produsele cu/fără CO ₂ în recipiente transparente nedeformabile	- Marcaj vertical
3.	Produse ce conține CO ₂ în recipiente netransparente	- Dacă recipientul este semi transparent se folosește metoda marcajului vertical. - În cazul în care nu este posibilă metoda de mai sus, se lasă CO ₂ să se evapore după care se folosește metoda nr. 1.
4.	Lichide vâscoase	- Picnometru metalic - Densimetru electronic de laborator
5.	Chituri	- Metoda plonjorului pentru chituri - Picnometru cu lichid care nu reacționează cu proba.
6.	Aerosoli	- Densimetru electronic de laborator - Picnometru de presiune înaltă
7.	Produse în mai multe faze în recipiente nedeformabile și netransparente	- recipientul umplut cu apă și folosit ca picnometru
8.	Produse în mai multe faze în recipiente deformabile	- produsul este transferat într-un pahar Erlenmeyer după care utilizat ca picnometru (a se vedea nr.7

IV. PROCEDURI DE MĂSURARE ALE DENSITĂȚII

8. *Picnometru*

Descriere

Picnometrele (Figura 1) sunt măsură, realizate din sticlă sau metal având un volum fix. Picnometru este închis cu un dop sau capac, în care există un orificiu mic, care permite atât aerului, cât și excesului de produs să fie eliminate, astfel încât după umplerea acestuia, cantitatea conținută în picnometru rămâne constantă. Cel mai frecvent sunt utilizate picnometre cu capacitatea de 50 ml. sau 100 ml. Nu se recomandă utilizarea picnometrelor cu o capacitate mai mică de 25 ml. Pentru obținerea celor mai bune exactități se recomandă picnometre cu capacitatea de 100 ml sau mai mari.

Important: Volumul real conținut în picnometru, în cazul în care este măsurat cu o exactitate înaltă, poate să difere de capacitatea nominală (marcată) a recipientului.

Domenii de aplicare

Tabelul 2. Domenii de aplicare a picnometrelor

Tipul	Domeniu de aplicare
Picnometre din sticlă	lichide limpezi, fără CO ₂ sau alte soluții sub presiune
Picnometre din sticla umplute cu lichide care nu reacționează cu proba	produse sub formă de pastă: chituri, adezivi, produse ambalate în tuburi deformabile
Picnometre din metal	produse vâscoase sau ușor păstoase (produse de curățat, lacuri, etc.)



Figura 1. Picnometre

Echipamente necesare:

- Picnometru etalonat (metoda de etalonare trebuie să fie cunoscută);
- Aparat de cântărire, cu valoarea diviziunii de 10 mg (0,01 g) sau mai mică în cazul utilizării unui picnometru de 100 ml și de 1 mg (0,001 g) sau mai mică în cazul utilizării unui picnometru de 25 ml;
- Greutăți etalon cu clasa de precizie M1;
- Termometru cu valoarea diviziunii de 0.1°C sau 0.2°C ;
- Baie termostată.

Pregătire și măsurare

Metoda fără utilizarea lichidelor auxiliare care nu reacționează cu proba

- Picnometrul se curăță cu apă și alcool.
- La marginea superioară a picnometrului se aplică o peliculă fină de vaselină, astfel încât să se asigure etanșietatea capacului.

- Picnometru și capacul acestuia se plasează pe aparatul de cântărire și se înregistrează rezultatul cântăririi (M_0).
 - Se umple picnometru cu grijă, astfel ca să se evite introducerea bulelor de aer. De asemenea, a se evita, în măsura în care este posibil umplerea picnometrului cu turnarea produsului pe pereții acestuia. Nivelul de umplere trebuie să fie astfel încât, după așezarea definitivă a capacului, prin orificiul acestuia să poată scăpa doar o cantitate mică de produs.
 - Se pune dopul sau capacul liber pe picnometru și se plasează într-o baie termostată la $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$.
 - După $(20 \div 30)$ minute, picnometru se scoate și se usucă destul de repede, astfel încât să se evite modificări de temperatură.
 - Dopul sau capacul picnometrului este plasat/ înșurubat bine și excesul de produs plasat în jurul dopului sau în jurul găurii capacului se șterge cu o hârtie absorbantă.
 - Picnometru este cântărit (M_v), golit, curățat, uscat după care se cântărește din nou, împreună cu greutatea etalon corespunzătoare aproximativ valorii $M_v - M_0$, corespunzătoare masei de produs din picnometru;
 - Se înregistrează indicația aparatului de cântărire I_0 . Această ultimă operație permite determinarea corecției care urmează să fie aplicată pentru a compensa erorile sistematice ale aparatului de cântărire.
- Notă: Folosind picnometre din metal, în timpul manipulării produselor vâscoase netransparente și sub formă de pastă pot fi necesare măsuri de precauție suplimentare pentru a evita introducerea de bule de aer.

Metoda umplerii cu lichide auxiliare ce nu reacționează cu produsul

În cazul în care picnometru este umplut cu un produs dintr-un tub sau un recipient, se poate evita introducerea bulelor de aer, în primul rând, prin umplerea picnometrului cu un lichid ce nu reacționează cu proba având o densitate cunoscută, care nu se amestecă cu produsul (cel mai frecvent este folosită apa). În primul rând are loc cântărirea picnometrului gol, apoi acesta se umple cu o cantitate mică (de exemplu 1/3) cu lichidul ce nu reacționează cu proba, urmată de o nouă cântărire. Produsul care urmează să fie măsurat este introdus astfel încât să se apropie de nivelul capacului, după care picnometru este cântărit pentru a treia oară. Umplerea picnometrului este apoi completată cu lichidului care nu reacționează cu produsul, urmat de a patra cântărire.

Calcule:

Metoda A

$$\rho = 0.99985 \cdot \frac{M_p}{V} + 0.0012 \text{ g / ml} \quad (2)$$

Unde:

ρ : densitatea produsului la 20°C ;

M_p : masa aparentă a produsului : $M_p = M_v - M_0 + C$;

$C = M_0 + \text{greutăți etalon suplimentare} - I_0$

V : volumul picnometrului la temperatura de măsurare.

Metoda B

$$\rho = 0.99985 \cdot \frac{m_2 - M_1}{V - 0.99985 \cdot \frac{(m_1 - m_0) - (m_2 - m_3)}{\rho_v - 0.0012}} + 0.0012 \text{ g / ml} \quad (3)$$

Unde:

m_0 : rezultatul cântăririi (masă aparentă) a picnometrului gol;
 m_1 : picnometru + umplerea parțială cu lichid auxiliar;
 m_2 : picnometru + umplerea parțială cu lichid auxiliar + produs;
 m_3 : picnometru + umplere completă cu lichid auxiliar + produs;
 ρ_v : densitatea lichidului auxiliar la temperatura de măsurare.

9. Plonjor (Gamma Sphere)



Figura 2. Plonjor sferic

Descriere

Plonjorul este o sferă care, de obicei este realizată din crom placat cu alamă și fixat pe o tijă a cărei lungime poate fi reglată prin rotație.

Este disponibil în două variante de 100 ml și de 10 ml.

Modelul de 100 ml are o tijă cu diviziuni care indică adâncimea de imersiune.

Modelul de 10 ml nu este recomandat de folosit, din cauza erorii relative mari datorată tensiunii superficiale a lichidelor de testare. Valoarea aproximativă a tensiunii superficiale a acestor lichide trebuie, să fie cunoscută și atunci când se utilizează modelul de 100 ml.

Domenii de aplicare

Lichide limpezi și ușor vâscoase, cu sau fără CO₂ sau alte soluții. Datorită curățirii cu ușurință a plonjorului sferic, este în special recomandat pentru lacuri, vopsele și produse similare de vâscozitate medie.

Echipamente necesare

- Plonjor sferic etalonat;
- Instrument de cântărire, cu valoarea diviziunii ≤ 10 mg (0,01 g) și sarcina maxima de 800 g sau mai mare pentru încercări cu plonjorul de 100 ml;
- Greutăți etalon cu clasa de precizie M1;
- Termometru cu valoarea diviziunii de 0.1 °C sau 0.2 °C;

- Pahar gradat de 500 ml sau 600 ml;
- Suport pentru plonjor;
- Baie termostată.

Pregătire și măsurare

- Se curăță plonjorul sferic și paharul și se usucă. Apoi paharul se umple cu produs până când este posibilă scufundarea sferei la adâncimea prevăzută (de exemplu: 300 ml). A se evita introducerea de incluziuni de aer în timpul acestei operațiuni;
- Paharul și plonjorul se plasează în baia termostată la $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ timp de $20 \div 30$ minute, se scot din baie și se usucă;
- Paharul se plasează pe instrumentul de cântărire și se înregistrează rezultatul cântăririi (M_0), sau se setează ca tara pentru aparatul de cântărit, dacă acesta are disponibilă o astfel de funcțiune;
- Se introduce plonjorul cu atenție în lichid, până când se apropie de linia marcată de pe tijă (de exemplu: 5 mm sub nivelul lichidului);
- Partea inferioară a tijei se rotește menținând partea superioară, astfel ca linia marcată să fie puțin sub nivelul lichidului.
- Din nou tija este rotită ușor ca să fie dusă în sus și să formeze un menisc bun. Meniscul trebuie să fie complet format pentru a putea calcula corect influența tensiunii suprafeței la măsurarea densității. Valoarea indicată de balanță se înregistrează (M_v).
- În final, în vederea eliminării erorilor sistematice cauzate de balanță, se pune pe balanță paharul cu lichid fără plonjor și se adaugă greutateți etalon corespunzătoare valorii aproximative a diferenței $M_v - M_0$ și se înregistrează indicația I_0 .

Calcule:

$$\rho = 0.99985 \cdot \frac{M_p}{V} + \frac{\pi \cdot d}{g \cdot V} \cdot \sigma + 0.0012 \text{ g / ml} \quad (4)$$

Unde:

ρ : densitatea produsului la 20°C în mg/l

M_p : masa aparentă a masei deplasate de către plonjor: $M_p = M_v - M_0 + C$,

unde C este corecția pentru eroarea sistematică a balanței:

$C = M_0 + \text{greutăți suplimentare} - I_0$;

V : volumul plonjorului (ml) la temperatura măsurată;

g : accelerația gravitațională (9.81 m/s^2)

d : diametrul tijei plonjorului (mm), γ = tensiunea superficială a produsului în N / m

π . 3.1416

Notă:

1) Este de dorit să se cunoască cât mai exact valoarea tensiunii de suprafață, în caz contrar pot apărea erori de ordinul a 0.0007 g/ml , folosind plonjorul de 100ml ;

2) Formula se utilizează pentru densitatea aerului cu valoarea medie de $0,0012 \text{ g/ml}$ și $8,0 \text{ g/ml}$ densitatea maselor etalon .

Etalonarea plonjorului:

Volumul plonjorului este etalonat prin scufundare într-un lichid cu densitate cunoscută. Volumul real al plonjorului se calculează conform formulei:

$$V = \frac{0,99985 \cdot M + \frac{\pi \cdot d \cdot \sigma_c}{g}}{[\rho_c - 0,0012] \cdot [1 + (t - 20) \cdot \alpha_v]} \text{ ml} \quad (5)$$

Unde:

V: volumul plonjorului la 20 °C, în ml;

M: masa aparentă a lichidului deplasat de către plonjor (rezultatul cântăririi corectat pentru eliminarea erorilor sistematice ale balanței), în g;

T: temperatura în timpul măsurării în °C;

d: diametrul tijei plonjorului, în mm;

g: accelerația gravitațională, în m/s²;

α_v : coeficient de dilatare volumică a materialului plonjorului, în K⁻¹;

σ_c : coeficientul de tensiune superficială a lichidului folosit pentru etalonare, în N/m;

ρ_c : densitatea lichidului de calibrare la temperatura t, în g/ml;

(Lichidul cel mai frecvent utilizat este apa distilată, pentru care: $\sigma_c = 0,072$ N/m și $\rho_c = 0,998201$ g/ml la 20 °C)

Metodă pentru produse volatile:

Lichidele volatile se pot evapora prea repede pentru utilizarea metodei normale descrisă. În acest caz, măsurările pot fi efectuate punând suportul plonjorului direct pe balanță.

Atenție: În acest caz, termenul de la numărătorul formulei (5) ce conține tensiunea superficială se scade.

$$V = \frac{0,99985 \cdot M - \frac{\pi \cdot d \cdot \sigma_c}{g}}{[\rho_c - 0,0012] \cdot [1 + (t - 20) \cdot \alpha_v]} \text{ ml} \quad (5.1)$$

10. *Recipient marcat vertical*



Figura 3. Recipient marcat vertical

Descriere

Această metodă utilizează recipientul produsului. Principiul este același ca al picnometrului, doar că volumul recipientului sau al sticlei nu este cunoscut inițial.

Recipientul trebuie:

- 1) să nu fie deformabil;
 - 2) să fie transparent la locul marcării liniei;
 - 3) la locul marcajului, diametrul gâtului recipientului să aiba un diametru nu mai mare de 35 mm.
- Marcarea liniei și a nivelului lichidelor trebuie să fie făcută cu atenție, pentru a evita erorile grosolane.

Domenii de aplicare:

- 1) băuturi care conțin CO₂;
- 2) produse neomogene;
- 3) produse volatile.

Echipamente necesare

- O sticlă transparentă și nedeformabilă, umplută cu produsul care urmează să fie măsurat;
- Instrument de cântărire, cu limita maximă de cântărire adecvată și având valoarea diviziunii de 10 mg pentru recipient mai mari de 500ml și 100 mg pentru altele;
- Baie termostată;
- Marker negru, rezistent la apă.

Pregătire și măsurare

- Selectăm o sticlă umplută de pe linia de producere, cu un nivel ridicat de lichid, după care o plasăm într-o baie termostată la $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$, timp de $20 \div 30$ minute;
- Sticla se pune pe o suprafață orizontală și se trasează cu markerul o linie verticală groasă care intersectează nivelul lichidului apoi se trasează (sau se zgârfe) o linie orizontală utilizând un pix cu bilă peste linia verticală în dreptul meniscului lichidului;
- Se cântărește sticla și se înregistrează rezultatul (M_v).
- Sticla se golește, se curăță, se umple cu apă distilată până la un nivel puțin mai jos de nivelul indicat de linia orizontală. Se măsoară temperatura apei din sticlă (t);
- Sticla se pune pe o suprafață orizontală și se umple până la nivelul indicat de linia marcată. Se închide sticla și se cântărește (M_w);
- Sticla din nou se golește, se usucă și se cântărește împreună cu capacul acesteia (M_t);
- Dacă este necesar, se poate determina și să se ia în considerație eroarea sistematică a instrumentului de cântărit, prin efectuarea măsurărilor separate, folosind greutăți etalon de valoare apropiată de M_v , M_w și M_t pentru care se aplică corecțiile notate cu C_v , C_w și C_t .

Calcule:

Formula generală aplicabilă în cazul recipientului marcat vertical este:

$$\rho = (\rho_w - 0,0012 \cdot \frac{M_p}{M_n} + 0,0012 \text{ g / ml}) \quad (6)$$

Unde:

ρ : densitatea produsului la $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ în g/ml;

ρ_w : densitatea apei la "t" °C în g/ml;

M_p : masa aparentă a produsului în g:

$$M_p = (M_v + C_v) - (M_t + C_t) \quad (7)$$

M_n : Masa aparentă a apei din recipient în g:

$$M_n = (M_w + C_w) - (M_t + C_t) \quad (8)$$

11. *Recipient umplut cu apă până la marginea de sus*



Figura 4. Recipient folosit ca picnometru

Descriere

Această metodă folosește principiul de măsurare ca și al recipientului marcat, folosind recipientul produsului ca picnometru, doar ca are un capac din sticlă sau metacrilat de metil ("Plexiglas" sau "Perspex"), prevăzut cu un orificiu central.

Recipientul trebuie :

- a) să nu fie deformabil;
- b) să aibă o margine netedă;
- c) să fie proiectat astfel încât după umplerea completă să nu rețină aerul.

Această metodă este mai puțin precisă decât cele precedente, dar încă valabilă pentru anumite aplicații.

Notă: *Apa nu trebuie să modifice structura moleculară a produsului.

Domenii de aplicare

Recipiente complet umplute care conțin apă, produse neomogene, supe, băuturi cu adaos de fructe, vopsele în diferite faze, etc.

Important: Apa nu trebuie să modifice structura moleculară a produsului în sine.

Echipamente necesare

- Un recipient nedeformabil, cu muchia superioară plană, de o asemenea formă încât aerul să nu poată fi reținut în timpul umplerii cu apă;
- Aparat de cântărire, cu valoarea diviziunii ≤ 10 mg, pentru recipiente mai mici de 500 ml și 100 mg (0.1 g) pentru recipiente de 500 ml sau mai mult;
- Capac din sticlă sau metacrilat de metil ("Plexiglas" sau "Perspex"), cu o gaură la centru;
- Termometru cu valoarea diviziunii de 0.1°C sau 0.2°C ;
- Baie termostată.

Pregătire și măsurare

- Se selectează un recipient închis de pe linia de producție și se plasează timp de $(20 \div 30)$ minute într-o baie termostată la $20^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$;
- Se deschide recipientul și marginea se unge cu vaselină pentru a obține etanșeitarea capacului;
- Recipientul și capacul (separat) se plasează pe balanță și se cântărește în ansamblu (M_p), (figura 5);
- Se adaugă apă la 20°C în recipient până la 5 mm de la margine, se așează capacul pe recipient astfel ca orificiul să fie în centrul deschiderii recipientului și se plasează ansamblul pe balanță;
- Se adaugă apă cu atenție până la nivelul definit, fără a introduce bule de aer sub capac. În cazul în care sunt prezente bule de aer, se apasă ușor pe capac și se completează umplerea (figura 6.);
- Se înregistrează indicația noi cântăriri (M_s);
- Recipientul se golește, se usucă se unge cu un strat subțire de vaselină marginea și apoi se cântărește împreună cu capacul (M_t), (figura 7.);
- Se umple recipientul cu apă distilată până la cca 10 mm de la margine și se măsoară temperatura apei (t);
- Se așează capacul pe recipient, se plasează ansamblul pe balanță, se finalizează umplerea cu apă și se înregistrează indicația balanței (M_w), (figura 8.);
- Se determină, dacă este necesar, corecțiile pentru aparatul de cântărire folosind greutăți etalon aproximativ de aceleași valori de masă ca indicațiile M_p , M_s , M_t și M_w ; corecțiile corespunzătoare fiind notate cu C_p , C_s , C_t și C_w .

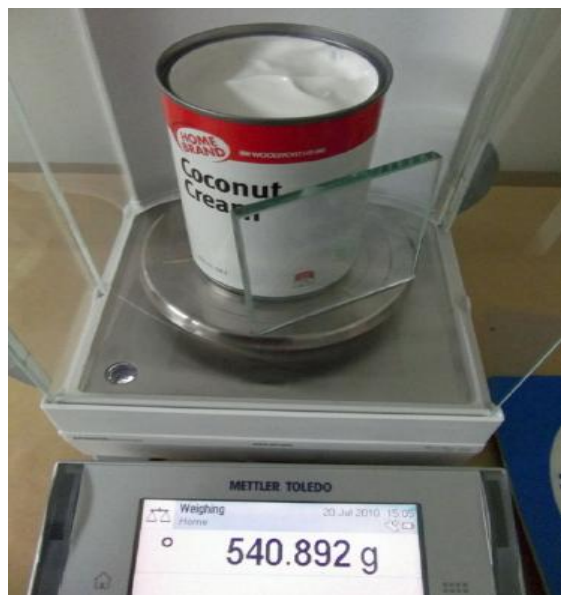


Figura 5. Cântărirea în ansamblu



Figura 6. Ajustarea nivelului cu apă și greutate



Figura 7. Cântărirea recipientului gol și a capacului



Figura 8. Umplerea cu apă și cântărire

Calcule:

Formula generală pentru densitatea în acest caz este:

$$\rho = (\rho_w - 0.0012) \cdot \frac{M_p^* - M_t^*}{M_p^* - M_t^* + M_w^* - M_s^*} + 0.0012 \text{ g / ml} \quad (9)$$

Unde:

ρ : densitatea produsului la 20 ° C în g/ml;

ρ_w : densitatea apei la "t" ° C în g/ml;

$$M_p^* = M_p + C_p \quad (10)$$

$$M_s^* = M_s + C_s \quad (11)$$

$$M_t^* = M_t + C_t \quad (12)$$

$$M_w^* = M_w + C_w \quad (13)$$

12. Areometru



Figura 9. Areometru

Descriere

Aerometrul are un corp cilindric din sticlă. Partea inferioară care atunci când este folosit este imersată, este umplută cu un material de balast, iar partea superioară care atunci când este folosit este parțial imersată, are forma unui tub îngust gradat. Metoda de funcționare se bazează pe principiul lui Arhimede, adâncimea de scufundare depinzând de echilibrarea greutății areometrului de forță ascensională determinată de greutatea volumului de lichid dislocuit.

Există diferite tipuri de areometre:

- cu sau fără termometru încorporat;
- de diferite exactități: de la 0,02 g/ml până la 0,0001 g/ml;
- cu intervale diferite (în funcție de exactitate).

Tipul cel mai frecvent utilizat pentru măsurarea densității în domeniul controlului preambalatelor marcate cu **E** este areometru fără termometru încorporat și cu o exactitate de 0.0005 g/ml.

Din cauza intervalului îngust al fiecărui areometrului (0,05 g/ml), sunt necesare nouă areometrele pentru a acoperi intervalul de la 0,750 g/ml până la 1,200 g/ml.

Utilizarea corectă, sau ajustarea, depinde de tipul de produs care trebuie măsurat: în cazul în care lichidul este transparent, citirea poate fi luată pe linia de jos a meniscului; în cazul în care acest lucru nu este posibil, datele se citesc în partea superioară a meniscului (figura 10). De asemenea, este necesar să se ia în considerare tensiunea superficială a lichidului utilizat pentru etalonarea areometrului.

Aparat de cântărire nu este necesar.

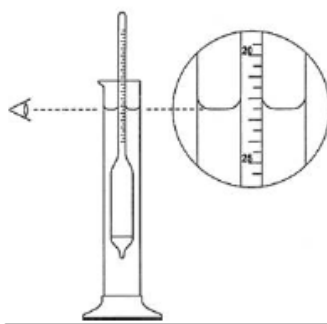


Figura 10. Citirea datelor conform meniscului pentru lichide transparente

Domenii de aplicare

Lichide non-carbogazoase, produse lichide cu o vîscozitate scăzută și într-o fază omogenă.

Echipamente necesare

- Areometru certificat cu o exactitate de 0.0005 g/ml pentru produsele în cauză;
- Termometru cu valoarea diviziunii de 0.1°C sau 0.2°C;
- Recipient cilindric de înălțime suficientă și nu foarte îngust;
- Baie termostată

Pregătire și măsurare

- Cilindrul de sticlă și areometru trebuie să fie mai întâi curățate cu grijă.
- Cilindrul de sticlă este umplut cu lichidul de măsurat fără să se introducă bule de aer. Cilindrul și areometru se introduc în baie termostată pentru a se obține o temperatură uniformă de 20 ° C.
- Areometru se ridică, se plasează cu atenție, astfel încât să plutească liber și vertical în produs. Citirile sunt efectuate utilizând fie linia de jos sau de sus a meniscului, în funcție de tipul de lichid și de etalonare.

Calcul:

Densitatea produsului este:

$$\rho = \text{citirea} + \text{factorul de corecție g/ml}; \quad (14)$$

Factorul de corecție este precizat în mod individual în certificatul de etalonare al fiecărui areometru.

13. Densimetru electronic portabil

Descriere

Densimetrele electronice portabile comercializate au rezoluția de 0.001 g/ml pentru densitate și 0.1°C pentru temperatură și se pot utiliza pentru măsurarea densității preambalatorilor. Principiul lor se bazează pe măsurarea frecvenței de rezonanță a unui tub de sticlă în formă U, care are un volum constant la o temperatură dată. Această frecvență este dependentă de masa tubului și astfel indică densitatea produsului conținut în el. Display-ul indică densitatea direct în g/ml. Acest tip de instrument poate să nu includă controlul temperaturii, dar permite ca temperatura să fie luată în calcul. Termometrul încorporat poate avea exactitatea de 0,5°C și rezoluția de afișare a densității de 0,001 g/ml.

Utilizarea instrumentului în următoarele intervale de operare:

- densitatea produsului trebuie să fie în intervalul (0,7 ÷ 1,2) g/ml;
- temperatura de lucru trebuie să fie în intervalul (+10 ÷ + 30)°C.

Instrumentul poate fi utilizat în două moduri:

- Cu bulb de absorbție din cauciuc încorporat;
- Cu seringi din plastic externe.



Prima metodă nu este recomandată deoarece poate introduce cu ușurință bule de aer care duc la erori în procesul de determinare a densității.

Cantitatea mică de probă necesară are o capacitate termică scăzută și temperatura acesteia este, prin urmare, ajustată rapid la temperatura ambiantă așa cum este indicat pe instrument. În cazul când nu se cunoaște coeficientul de dilatare a produselor, este preferabil de operat la temperatura de 20°C.

Important: Deoarece sticla este fragilă, este necesar să se evite o presiune în tubul de formă de U, precum și folosirea produselor vâscoase și grele.

Domenii de aplicare

În conformitate cu specificațiile producătorului. În general: lichidele nevâscoase care nu conțin aer, nici dioxid de carbon și pentru care densitatea se află în intervalul de $(0,7 \div 1,2)$ g/ml.

Echipamente necesare

- Densimetru electronic portabil etalonat și calibrat înainte de măsurare;
- Apă distilată pentru calibrare;
- Seringi de plastic, cu capacitatea de 2 ml;
- Pară din cauciuc sau pompă;
- Termometru cu valoarea diviziunii de 0.1 °C sau 0.2°C;
- Instalarea în conformitate cu instrucțiunile producătorului.

Pregătire

- Înainte de efectuarea măsurărilor, se efectuează calibrarea densimetrului electronic sau se calibrează cel puțin o dată la începutul fiecărei zile de utilizare;
- Se folosește o seringă pentru injectarea apei distilate specificată de producător, după ce au fost eliminate bulele de aer;
- Se așteaptă un timp specificat de producător, după care se citește densitatea și temperatura corespunzătoare. Dacă densitatea diferă de datele indicate din Anexa A cu mai mult de 0,001g/ml, densimetrul necesită calibrare folosind dispozitivul furnizat în acest scop.
- Apoi se golește celula de măsurare, se spală cu alcool și se usucă. Indicația fără produs trebuie să fie 0.000 sau 0.0001g/ml sau 0.0002g/ml, în caz contrar operația de calibrare se repetă.

Măsurare

- Se umple două sau trei seringi cu produsul de probă. Se elimină aerul din seringă ținând acul în sus;
- Se măsoară temperatura mediului ambiant cu un termometru separat. Temperatura mediului ambiant este preferabil a fi în intervalul $(19,5 \div 20,5)$ °C. Se poate măsura densitatea și în afara acestui interval;

- Se pot distinge trei situații:

A. Temperatura mediului ambiant este între $(19,5 \div 20,5)$ °C;

B. Mai mică de 19,5°C;

C. Mai mare de 20,5°C;

Cazul A: Produsul poate fi introdus direct în densimetru electronic cu ajutorul unei seringi. Se așteaptă până când temperatura indicată de instrument nu mai variază. Apoi se citește densitatea cu 0,001 g/ml. Se repetă operația folosind seringă a doua. În caz de dubiu, se folosește a treia seringă pentru confirmarea rezultatului.

Cazul B: Aceeași procedură ca în cazul A, dar seringă se introduce într-un curent de apă cu temperatura 25°C, se injectează, după care se lasă ca temperatura să scadă la 20°C, conform indicațiilor termometrului aparatului.

Cazul C: aceeași procedură ca și cazul B, dar mai întâi are loc răcirea probei într-un curent de apă cu temperatura de 15°C.

- În aceste trei cazuri, măsurarea densității se face prin citirea directă a datelor și metoda este valabilă pentru temperatura de 20°C.

- După fiecare măsurare, se curăță celula de măsurare a densimetrului cu apă și alcool, după care se usucă cu ajutorul pereii de cauciuc sau a pompei.

14. *Densimetru electronic de laborator*

Descriere

Aceste tipuri de densimetre au o precizie mai mare decât densimetrele portabile utilizând de asemenea metoda frecvenței de rezonanță unui tub umplut cu produsul care urmează să fie măsurat. Ele pot încorpora reglarea temperaturii sau necesită utilizarea unei băi termostatare.

Unele tipuri pot rezista la presiuni mai mari, de până la 10 bari, permițând astfel măsurarea densității produselor cu aerosoli.

Domenii de aplicare

Aceste instrumente permit măsurarea tuturor produselor, fie sub formă de pastă sau lichid, dar care nu conțin bule de aer sau CO₂.

Pentru utilizarea corectă a instrumentelor, este necesar să se urmeze instrucțiunile producătorului.

15. *Balanță hidrostatică (Mohr);*



Figura 11. Balanța Mohr's

Descriere

Tipul dat de balanță este destinat pentru utilizarea doar în laborator.

Principiul de funcționare a acestei balanțe se bazează pe principiul lui Arhimedie. Balanța cântărește un plonjor agățat de un fir metalic fin. Plonjorul este de obicei un cilindru cu un volum cuprins între (1.0 ÷ 10.0)ml. Diferența dintre rezultatul de cântărire în aer și rezultatul cântăririi în lichid permite determinarea densității lichidului.

În cazul balanței Mohr, plonjorul este întâi cântărit în aer astfel încât cantitatea de greutate adăugate pentru a restabili echilibrul în lichid furnizează în mod direct valori ale densității în g/ml.

Balanțele comerciale de tip Mohr cu citire directă a datelor, nu au o exactitate ridicată (cel mai precis 0.001g/ml), totuși principiul, atunci când este utilizată o balanță analitică, datorită problemelor date de tensiunea superficială, permite măsurări de o exactitate de 0.0001g/ml pentru lichide controlate termostatic.

16. Metoda plonjor pentru chituri

Descriere

Principiu: Proba de produs este scufundată într-un lichid cu densitate cunoscută. Diferența dintre masa cântărită în aer și în lichid permite calcularea densității.

Echipamente necesare

- Pahar de laborator, cu capacitatea 600ml;
- Apă distilată la 20 °C;
- Panglici subțiri de cupru sau alamă;
- Nailon sau sârmă de metal (de exemplu, sârmă de pescuit 0,18 mm);
- Balanță echipată pentru cântărirea hidrostatică, cu valoarea diviziunii de 1mg (0.001g) sau mai mică;
- Suport pentru balanță, astfel încât să permită cântărirea sub talerul acestuia;
- Suport platformă pentru paharul de laborator, reglabil în înălțime.

Pregătire și măsurare

- Banda metalică se atașează de firul metalic, după care se suspendă sub balanță. Se iau indicațiile balanței pentru masa benzii în aer (M_1);
- Paharul gradat, pe jumătate umplut cu apă la 20 °C se plasează sub balanță, astfel ca banda metalică să fie complet scufundată. Se citește indicația balanței cu banda scufundată în apă (M_2);
- Se scoate banda din metal din pahar, se usucă și se acoperă cu grijă cu chit pe întreaga lungime. Se scoate paharul și se cântărește produsul și banda în aer (M_3).
- Se aduce vasul sub balanță și se cântărește produsul și banda complet scufundată în apă (M_4).
- Se corectează dacă este necesar, valorile M_1 - M_4 pentru erorile sistematice ale balanței.

Calcule:

$$\rho = \frac{M_3 - M_1}{(M_3 - M_1) - (M_4 - M_2)} \cdot (\rho_w - 0.0012) + 0.0012 \text{ g / ml} \quad (15)$$

Unde:

ρ : densitatea produsului la temperatura de măsurare;

ρ_w : densitatea apei la temperatura de măsurare (din Anexa A).

Notă: Dacă produsul testat se dizolvă în apă, se folosește alt lichid de referință (metanol sau metil-etil-cetonă pentru chituri din silicon).

V. ÎNTOCMIREA REZULTATELOR MĂSURĂRILOR

17. Rezultatele măsurărilor densității se notează în fișele de măsurări. Formele fișelor sunt prezentate în anexele din PML 14-01:2016 Verificări prin măsurare și analiză statistică a loturilor de preambalate.

Densitatea apei în funcție de temperatură

(Valorile sunt prezentate în kg/m³. Pentru a obține valori în g/ml, împărțiți valoarea la 1000.)

t (°C)	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
0	999.8396	999.8463	999.8528	999.8591	999.8653	999.8713	999.8771	999.8827	999.8882	999.8934
1	999.8985	999.9035	999.9082	999.9128	999.9172	999.9214	999.9254	999.9293	999.9330	999.9365
2	999.9399	999.9431	999.9461	999.9489	999.9516	999.9541	999.9565	999.9587	999.9607	999.9625
3	999.9642	999.9657	999.9670	999.9682	999.9692	999.9701	999.9708	999.9713	999.9717	999.9717
4	999.9720	999.9718	999.9716	999.9711	999.9705	999.9698	999.9689	999.9678	999.9666	999.9652
5	999.9637	999.9620	999.9602	999.9582	999.9560	999.9537	999.9513	999.9487	999.9459	999.9430
6	999.9399	999.9367	999.9334	999.9299	999.9262	999.9224	999.9184	999.9143	999.9101	999.9057
7	999.9011	999.8964	999.8916	999.8866	999.8815	999.8762	999.8708	999.8652	999.8595	999.8537
8	999.8477	999.8416	999.8353	999.8289	999.8223	999.8157	999.8088	999.8019	999.7947	999.7875
9	999.7801	999.7726	999.7649	999.7571	999.7492	999.7411	999.7329	999.7246	999.7161	999.7075
10	999.6987	999.6898	999.6808	999.6717	999.6624	999.6530	999.6434	999.6337	999.6239	999.6140
11	999.6039	999.5937	999.5834	999.5729	999.5623	999.5516	999.5408	999.5298	999.5187	999.5074
12	999.4961	999.4846	999.4730	999.4612	999.4494	999.4374	999.4253	999.4130	999.4007	999.3882
13	999.3756	999.3628	999.3500	999.3370	999.3239	999.3106	999.2973	999.2838	999.2702	999.2565
14	999.2427	999.2287	999.2146	999.2004	999.1861	999.1717	999.1571	999.1424	999.1276	999.1127
15	999.0977	999.0826	999.0673	999.0519	999.0364	999.0208	999.0051	998.9892	998.9733	998.9572 *
16	998.9410	998.9247	998.9083	998.8917	998.8751	998.8583	998.8414	998.8244	998.8073	998.7901
17	998.7728	998.7553	998.7378	998.7201	998.7023	998.6845	998.6665	998.6483	998.6301	998.6118
18	998.5934	998.5748	998.5562	998.5374	998.5185	998.4995	998.4804	998.4612	998.4419	998.4225
19	998.4030	998.3833	998.3636	998.3438	998.3238	998.3037	998.2836	998.2633	998.2429	998.2224
20	998.2019	998.1812	998.1604	998.1395	998.1185	998.0973	998.0761	998.0548	998.0334	998.0119
21	997.9902	997.9685	997.9467	997.9247	997.9027	997.8805	997.8583	997.8360	997.8135	997.7910
22	997.7683	997.7456	997.7227	997.6998	997.6767	997.6536	997.6303	997.6070	997.5838	997.5600
23	997.5363	997.5126	997.4887	997.4648	997.4408	997.4166	997.3924	997.3680	997.3436	997.3191
24	997.2944	997.2697	997.2449	997.2200	997.1950	997.1699	997.1446	997.1193	997.0939	997.0685
25	997.0429	997.0172	996.9914	996.9655	996.9396	996.9135	996.8873	996.8611	996.8347	996.8083
26	996.7818	996.7551	996.7284	996.7016	996.6747	996.6477	996.6206	996.5935	996.5661	996.5388
27	996.5113	996.4837	996.4561	996.4284	996.4003	996.3726	996.3446	996.3165	996.2883	996.2600
28	996.2316	996.2032	996.1746	996.1460	996.1172	996.0884	996.0595	996.0305	996.0014	995.9722
29	995.9430	995.9136	995.8842	995.8546	995.8250	995.7953	995.7655	995.7356	995.7056	995.6756
30	995.6465	995.6152	995.5848	995.5544	995.5239	995.4934	995.4627	995.4319	995.4011	995.3701
31	995.3391	995.3080	995.2768	995.2456	995.2142	995.1828	995.1512	995.1196	995.0879	995.0561 *
32	995.0243	994.9923	994.9603	994.9282	994.8960	994.8637	994.8313	994.7988	994.7663	994.7337
33	994.7010	994.6682	994.6353	994.6024	994.5693	994.5362	994.5030	994.4697	994.4364	994.4029
34	994.3694	994.3358	994.3021	994.2683	994.2345	994.2005	994.1665	994.1324	994.0982	994.0640
35	994.0296	993.9952	993.9607	993.9261	993.8915	993.8567	993.8219	993.7870	993.7521	993.7170
36	993.6819	993.6467	993.6114	993.5760	993.5406	993.5050	993.4694	993.4338	993.3980	993.3622
37	993.3263	993.2903	993.2542	993.2181	993.1818	993.1455	993.1092	993.0727	993.0362	992.9996
38	992.9629	992.9261	992.8893	992.8524	992.8154	992.7784	992.7412	992.7040	992.6668	992.6294
39	992.5920	992.5545	992.5169	992.4792	992.4415	992.4037	992.3658	992.3279	992.2899	992.2518
40	992.3126									