

## Kalibrierung eines Pyknometers (Volumen)

Gravimetrische Volumenmessung analog zu den PTB-Prüfregeln Band 21 Punkt 5.3.1, (gravimetrische Methode).

Lufttemperatur: 20°C ±5°C, relative Luftfeuchte: 50% ±5%

### Modellgleichung:

$$V = ((W + \Delta W) \cdot k_{CW} / (\rho_F - \rho_L)) \cdot (1 - (\rho_L / \rho_G)) \cdot (1 - \gamma \cdot (t_F - 20));$$

$$\rho_L = \rho_{L20} \cdot p / p_0 \cdot t_0 / (t_L + 273.15);$$

$$\rho_F = \rho_{F20} \cdot (1 - 3 \cdot \alpha \cdot (t_F - 20));$$

### Liste der Größen:

Größe	Einheit	Definition
V	cm <sup>3</sup>	unbekanntes Volumen
W	g	Differenz der Wägewerte (gefüllt - leer)
$\Delta W$	g	Auflösung der Waage
$k_{CW}$		Skalenfaktor der Waage
$\rho_F$	g/cm <sup>3</sup>	Dichte der Flüssigkeit (Wasser)
$\rho_L$	g/cm <sup>3</sup>	Luftdichte
$\rho_G$	g/cm <sup>3</sup>	Dichte des Kalibriergewichts der Waage
$\gamma$	1/K	Kubischer thermischer Ausdehnungskoeffizient des Volumen
$t_F$	°C	Temperatur der Flüssigkeit (Wasser)
$\rho_{L20}$	g/cm <sup>3</sup>	Referenz Luftdichte bei 20°C
p	hPa	Luftdruck
$p_0$	hPa	Referenz Luftdruck
$t_0$	K	Referenz Temperatur
$t_L$	°C	Lufttemperatur
$\rho_{F20}$	g/cm <sup>3</sup>	Dichte der Flüssigkeit (Wasser) bei 20°C
$\alpha$	1/°C	Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient des Wassers

**W:**

Typ A

Methode der Beobachtung: Direkt

Anzahl der Beobachtungen: 5

Nr.	Beobachtung
1	50.000 g
2	49.999 g
3	50.001 g
4	50.002 g
5	49.999 g

Arithmetischer Mittelwert: 50.0002000 g

Standardabweichung der Einzelbeobachtung:  $1.3 \cdot 10^{-3}$  g

Standardabweichung des Mittelwerts:  $583.1 \cdot 10^{-6}$  g

Freiheitsgrad: 4

Die Beobachtungen werden als Differenz von mehrfacher Füllung und Entleerung gewonnen.

Kalibrierung eines Pyknometers (Volumen)

**delta<sub>w</sub>:** Typ B Dreieckverteilung  
 Wert: 0 g  
 Halbbreite der Grenzen:  $1 \cdot 10^{-3}$  g

Die Auflösung der Waage beträgt 1mg. Da die Differenz von zwei Ablesungen gebildet wird, ergibt eine Dreieckverteilung mit den Grenzen  $\pm 1$ mg.

**k<sub>cw</sub>:** Typ B Normalverteilung  
 Wert: 1.0  
 Erweiterte Messunsicherheit:  $2 \cdot 10^{-5}$   
 Erweiterungsfaktor: 2

Der Skalenfaktor der Waage wurde mit der angegebenen Meßunsicherheit kalibriert.

**rho<sub>L</sub>:** Zwischenergebnis

In der Auswertung wird die Luftfeuchte nicht berücksichtigt.

Alternative kann die Luftfeuchte auch nach der folgenden Formel berechnet werden:

$$\text{roh}_L = (0.34848 * p - \text{phi} * (0.00252 * t_L - 0.0205)) * 10E-3 / (273.15 + t_L)$$

phi: relative Luftfeuchte in %

**rho<sub>G</sub>:** Konstante  
 Wert: 8 g/cm<sup>3</sup>

**gamma:** Konstante  
 Wert:  $9.9 \cdot 10^{-6}$  1/K

**t<sub>F</sub>:** Typ B Rechteckverteilung  
 Wert: 20 °C  
 Halbbreite der Grenzen: 0.1 °C

**rho<sub>L20</sub>:** Konstante  
 Wert:  $1.2 \cdot 10^{-3}$  g/cm<sup>3</sup>

**p:** Typ B Rechteckverteilung  
 Wert: 1036 hPa  
 Halbbreite der Grenzen: 10 hPa

**p<sub>0</sub>:** Konstante  
 Wert: 1013 hPa

**t<sub>0</sub>:** Konstante  
 Wert: 293.15 K

**t<sub>L</sub>:** Typ B Rechteckverteilung  
 Wert: 20 °C  
 Halbbreite der Grenzen: 0.2 °C

**rho<sub>F20</sub>:** Typ B Rechteckverteilung  
 Wert: 0.9982008 g/cm<sup>3</sup>  
 Halbbreite der Grenzen: 0.000002 g/cm<sup>3</sup>

**alpha:** Konstante  
 Wert:  $2 \cdot 10^{-4}$  1/°C

**Zwischenergebnisse:**

Größe	Wert	Std.-Mess- unsicherheit
$\rho_F$	0.99820080 g/cm <sup>3</sup>	$34.60 \cdot 10^{-6}$ g/cm <sup>3</sup>
$\rho_L$	$1.227246 \cdot 10^{-3}$ g/cm <sup>3</sup>	$6.856 \cdot 10^{-6}$ g/cm <sup>3</sup>

**Messunsicherheits-Budgets:****V: unbekanntes Volumen**

Größe	Wert	Std.-Mess- unsicherheit	Verteilung	Sensitivitäts- koeffizient	Unsicher- heitsbeitrag	Index
W	50.0002000 g	$583.1 \cdot 10^{-6}$ g	Normal	1.0	$580 \cdot 10^{-6}$ cm <sup>3</sup>	9.0 %
$\Delta W$	0.0 g	$408.2 \cdot 10^{-6}$ g	Dreieck	1.0	$410 \cdot 10^{-6}$ cm <sup>3</sup>	4.4 %
$k_{CW}$	1.00000000	$10.00 \cdot 10^{-6}$	Normal	50	$500 \cdot 10^{-6}$ cm <sup>3</sup>	6.6 %
$\rho_F$	0.99820080 g/cm <sup>3</sup>	$34.60 \cdot 10^{-6}$ g/cm <sup>3</sup>				
$\rho_L$	$1.227246 \cdot 10^{-3}$ g/cm <sup>3</sup>	$6.856 \cdot 10^{-6}$ g/cm <sup>3</sup>				
$\rho_G$	8.0 g/cm <sup>3</sup>					
$\gamma$	$9.9 \cdot 10^{-6}$ 1/K					
$t_F$	20.00000 °C	0.05774 °C	Rechteck	0.030	$1.7 \cdot 10^{-3}$ cm <sup>3</sup>	77.4 %
$\rho_{L20}$	$1.2 \cdot 10^{-3}$ g/cm <sup>3</sup>					
p	1036.000 hPa	5.774 hPa	Rechteck	$52 \cdot 10^{-6}$	$300 \cdot 10^{-6}$ cm <sup>3</sup>	2.4 %
$p_0$	1013.0 hPa					
$t_0$	293.15 K					
$t_L$	20.0000 °C	0.1155 °C	Rechteck	$-180 \cdot 10^{-6}$	$-21 \cdot 10^{-6}$ cm <sup>3</sup>	0.0 %
$\rho_{F20}$	0.998200800 g/cm <sup>3</sup>	$1.155 \cdot 10^{-6}$ g/cm <sup>3</sup>	Rechteck	-50	$-58 \cdot 10^{-6}$ cm <sup>3</sup>	0.0 %
$\alpha$	$200.0 \cdot 10^{-6}$ 1/°C					
V	50.144289 cm <sup>3</sup>	$1.945 \cdot 10^{-3}$ cm <sup>3</sup>				

**Ergebnisse:**

Größe	Wert	Erw.-Mess- unsicherheit	Erweiter- ungsfaktor	Überdeckungs- wahrscheinlichkeit
V	50.1443 cm <sup>3</sup>	$7.8 \cdot 10^{-3}$ % (relativ)	2.00	95% (t-Tabelle 95.45%)