

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 ³	unbekanntes Volumen
W	g	Differenz der Wägewerte (gefüllt - leer)
ΔW	g	Auflösung der Waage
k_{CW}		Skalenfaktor der Waage
ρ_F	g/cm ³	Dichte der Flüssigkeit (Wasser)
ρ_L	g/cm ³	Luftdichte
ρ_G	g/cm ³	Dichte des Kalibriergewichts der Waage
γ	1/K	Kubischer thermischer Ausdehnungskoeffizient des Volumen
t_F	°C	Temperatur der Flüssigkeit (Wasser)
ρ_{L20}	g/cm ³	Referenz Luftdichte bei 20°C
p	hPa	Luftdruck
p_0	hPa	Referenz Luftdruck
t_0	K	Referenz Temperatur
t_L	°C	Lufttemperatur
ρ_{F20}	g/cm ³	Dichte der Flüssigkeit (Wasser) bei 20°C
α	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_w: 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 ± 1 mg.

k_{cw}: 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_L: 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_G: Konstante
 Wert: 8 g/cm³

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

t_F: Typ B Rechteckverteilung
 Wert: 20 °C
 Halbbreite der Grenzen: 0.1 °C

rho_{L20}: Konstante
 Wert: $1.2 \cdot 10^{-3}$ g/cm³

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

p₀: Konstante
 Wert: 1013 hPa

t₀: Konstante
 Wert: 293.15 K

t_L: Typ B Rechteckverteilung
 Wert: 20 °C
 Halbbreite der Grenzen: 0.2 °C

rho_{F20}: Typ B Rechteckverteilung
 Wert: 0.9982008 g/cm³
 Halbbreite der Grenzen: 0.000002 g/cm³

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

Zwischenergebnisse:

Größe	Wert	Std.-Mess- unsicherheit
ρ_F	0.99820080 g/cm ³	$34.60 \cdot 10^{-6}$ g/cm ³
ρ_L	$1.227246 \cdot 10^{-3}$ g/cm ³	$6.856 \cdot 10^{-6}$ g/cm ³

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 ³	9.0 %
ΔW	0.0 g	$408.2 \cdot 10^{-6}$ g	Dreieck	1.0	$410 \cdot 10^{-6}$ cm ³	4.4 %
k_{CW}	1.00000000	$10.00 \cdot 10^{-6}$	Normal	50	$500 \cdot 10^{-6}$ cm ³	6.6 %
ρ_F	0.99820080 g/cm ³	$34.60 \cdot 10^{-6}$ g/cm ³				
ρ_L	$1.227246 \cdot 10^{-3}$ g/cm ³	$6.856 \cdot 10^{-6}$ g/cm ³				
ρ_G	8.0 g/cm ³					
γ	$9.9 \cdot 10^{-6}$ 1/K					
t_F	20.00000 °C	0.05774 °C	Rechteck	0.030	$1.7 \cdot 10^{-3}$ cm ³	77.4 %
ρ_{L20}	$1.2 \cdot 10^{-3}$ g/cm ³					
p	1036.000 hPa	5.774 hPa	Rechteck	$52 \cdot 10^{-6}$	$300 \cdot 10^{-6}$ cm ³	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 ³	0.0 %
ρ_{F20}	0.998200800 g/cm ³	$1.155 \cdot 10^{-6}$ g/cm ³	Rechteck	-50	$-58 \cdot 10^{-6}$ cm ³	0.0 %
α	$200.0 \cdot 10^{-6}$ 1/°C					
V	50.144289 cm ³	$1.945 \cdot 10^{-3}$ cm ³				

Ergebnisse:

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