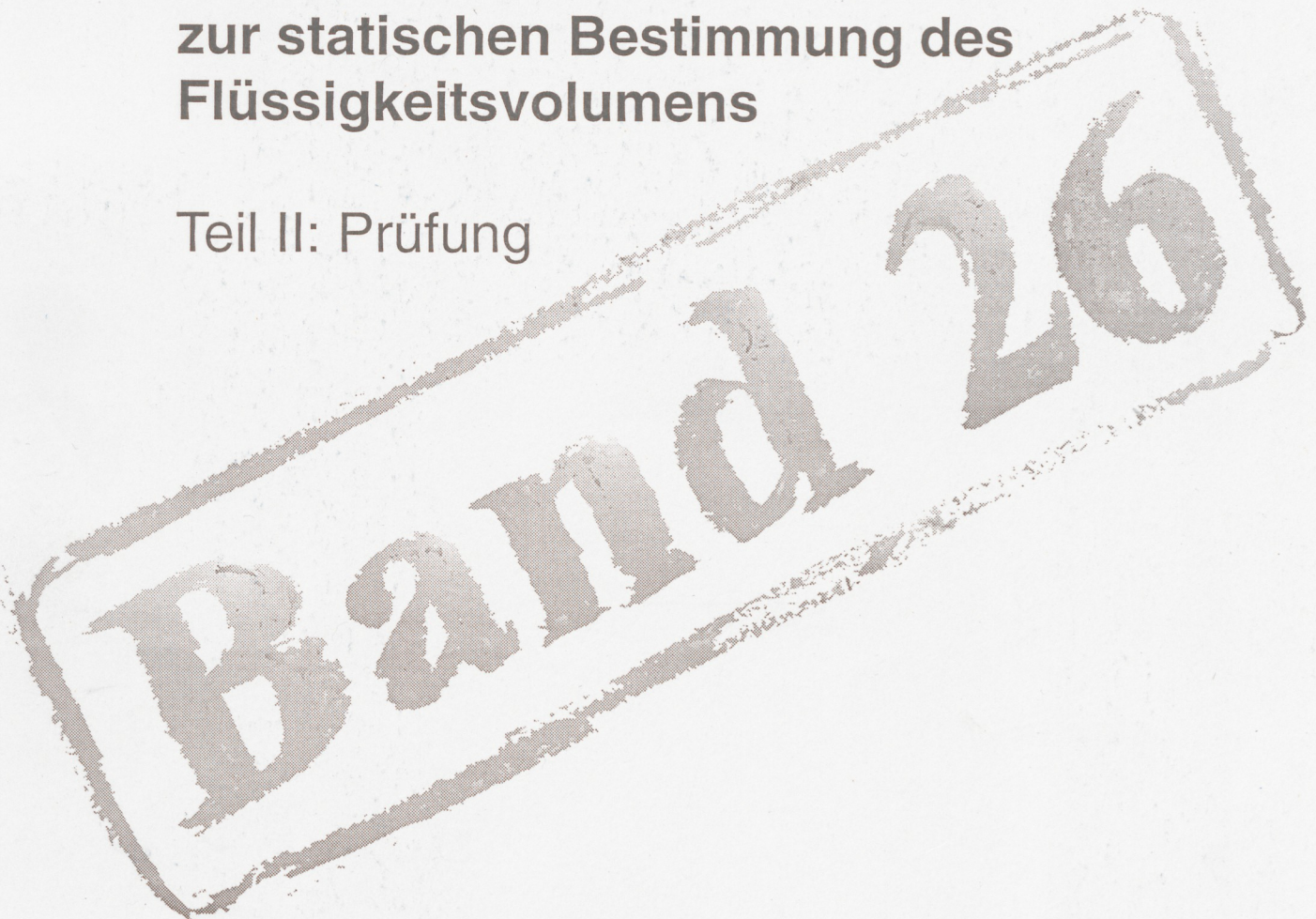


**Normalmessbehälter aus Metall  
zur statischen Bestimmung des  
Flüssigkeitsvolumens**

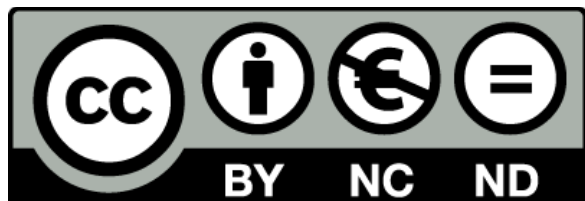
Teil II: Prüfung





Diese elektronische Version der PTB-Prüfregel Band 26 (Teil 2) ist durch Digitalisierung der 2002 erschienenen Druckversion erzeugt worden. Die folgenden Seiten sind Bilddateien.

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt und unterliegt der Creative Commons Nutzerlizenz CC BY-NC-ND 4.0 (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).



**Empfohlene Zitierweise:**

Physikalisch-Technische Bundesanstalt. Normalmeßbehälter aus Metall zur statischen Bestimmung von Flüssigkeitsvolumen. Teil 2: Prüfung [online]. Bearbeitet vom Arbeitsausschuuss der PTB-Vollversammlung (Volumenmessanlagen) sowie durch die Eichbehörden der Bundesländer Thüringen, Bayern und Mecklenburg-Vorpommern. Braunschweig, November 2002, digitalisiert 2020. PTB-Prüfregeln, Band 26. ISSN 0341-7964.

Verfügbar unter: <https://doi.org/10.7795/510.20200716S>

**Herausgeber:**

Physikalisch-Technische Bundesanstalt  
ISNI: 0000 0001 2186 1887

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100  
38116 Braunschweig

Telefon: (05 31) 592-93 13

Telefax: (05 31) 592-92 92

[www.ptb.de](http://www.ptb.de)

### **Normalmessbehälter aus Metall zur statischen Bestimmung des Flüssigkeitsvolumens**

Teil II: Prüfung

Bearbeitet vom Arbeitsausschuss der PTB-Vollversammlung  
– Volumenmessenanlagen –  
sowie durch die Eichbehörden der Bundesländer Thüringen, Bayern  
und Mecklenburg-Vorpommern



## Inhaltsverzeichnis

|   | Seite     |
|---|-----------|
| <b>1 Allgemeines</b>  | <b>4</b>  |
| 1.1 Geltungsbereich   | 4         |
| 1.2 Begriffe  | 4         |
| 1.3 Abkürzungen   | 5         |
| 1.4 Formelzeichen   | 5         |
| 1.4.1 Großbuchstaben  | 5         |
| 1.4.2 Kleinbuchstaben   | 7         |
| 1.4.3 Griechische Buchstaben  | 7         |
| 1.5 Flussdiagrammsymbolik   | 9         |
| <b>2 Verzeichnis der Vorschriften und Regelungen</b>                              | <b>9</b>  |
| <b>3 Verfahrensablauf bei der Prüfung von Normalmessbehältern</b>                 | <b>10</b> |
| 3.1 Allgemeines   | 10        |
| 3.2 Organisatorischer Verfahrensablauf (Übersicht)                                | 11        |
| 3.3 Beschreibung der Prüfverfahren, Messtechnische Prüfung                        | 12        |
| 3.3.1 Kurzbeschreibung des volumetrischen Messverfahrens                          | 12        |
| 3.3.2 Kurzbeschreibung des gravimetrischen Messverfahrens                         | 12        |
| 3.3.3 Kurzbeschreibung des Messverfahrens für die Skale eines Normalmessbehälters | 12        |
| <b>4 Mess- und Prüfmittel</b>   | <b>13</b> |
| 4.1 Allgemeines   | 13        |
| 4.2 Bezugsnormale für das volumetrische Messverfahren                             | 13        |
| 4.3 Prüfflüssigkeit   | 13        |
| 4.4 Mess- und Prüfmittel für das volumetrische Messverfahren                      | 14        |
| 4.5 Mess- und Prüfmittel für das gravimetrische Messverfahren                     | 15        |
| 4.6 Hilfsmittel für die Kalibrierung  | 16        |
| 4.6.1 Allgemeines   | 16        |
| 4.6.2 Spezielle Anforderungen   | 16        |





|   | Seite     |
|---|-----------|
| <b>5 Umgebungsbedingungen</b>   | <b>16</b> |
| 5.1 Kalibrierung von Normalmessbehältern mit $MPE_P < 0,1 \%$                         | 16        |
| 5.2 Kalibrierung von Normalmessbehältern mit $MPE_P \geq 0,1 \%$                      | 17        |
| 5.3 Ort der Kalibrierung  | 17        |
| <b>6 Prüfung</b>  | <b>17</b> |
| 6.1 Qualitative Prüfung   | 17        |
| 6.2 Messtechnische Prüfung / Kalibrierung   | 17        |
| 6.2.1 Vorbereitung  | 17        |
| 6.2.2 Arbeitsschritte (Kalibrierung, Justierung, Bewertung)                           | 18        |
| 6.3 Physikalische Zusammenhänge   | 21        |
| 6.3.1 Volumen und Messabweichung des Prüflings nach dem volumetrischen Messverfahren  | 21        |
| 6.3.2 Volumen und Messabweichung des Prüflings nach dem gravimetrischen Messverfahren |           |
| 6.3.3 Kontrolle, Festlegung und Justage von Skalen sowie deren Teilvolumina           |           |
| 6.4 Berechnung der Messunsicherheit   |           |
| 6.4.1 Allgemeines   |           |
| 6.4.2 Modellierung der Messungen  |           |
| 6.5 Berichtigungsarbeiten   |           |
| 6.6 Konformitätsbewertung   |           |
| <b>7 Kennzeichnung und Bescheinigung</b>  |           |
| 7.1 Kennzeichnung   |           |
| 7.2 Bescheinigung   |           |
| <b>8 Quellenverzeichnis</b>   |           |
| <b>Anhang</b>   |           |



## 1 Allgemeines

### 1.1 Geltungsbereich

Diese Prüfregele gilt für die qualitative und die messtechnische Prüfung (statisches Bestimmen des Flüssigkeitsvolumen) von Normalmessbehältern aus Metall, die den technischen Anforderungen der PTB-Prüfregeln Band 26, Teil I /1/ entsprechen. Sie ist anzuwenden auf Normalmessbehälter, die als Gebrauchs- oder Bezugsnormale dienen.

Diese Prüfregele kann über die in den PTB-Prüfregeln Band 26, Teil I beschriebenen Normalmessbehälter hinaus sinngemäß auch auf andere Behälter aus formbeständigem Material angewendet werden, soweit hierfür keine besonderen Regelungen vorliegen.

### 1.2 Begriffe

#### **Betriebstemperatur**

Die Betriebstemperatur (von Normal, Prüfling, Flüssigkeit, Umgebungsluft o. ä.) ist die Temperatur, die bei der messtechnischen Prüfung zum Zeitpunkt der Betrachtung am jeweiligen Betrachtungsgegenstand herrscht.

#### **Referenztemperatur**

Die Referenztemperatur (von Normal, Prüfling, Flüssigkeit) ist die Temperatur, auf die ein unter Betriebstemperatur ermitteltes Volumen bezogen (umgerechnet) wird.

#### **Normalmessbehälter für Einguss**

Bei Normalmessbehältern justiert auf Einguss stellt die in den trockenen Behälter eingefüllte und innerhalb der Maßraumbegrenzung befindliche Flüssigkeit das definierte Volumen dar.

#### **Normalmessbehälter für Ausguss**

Bei Normalmessbehältern justiert auf Ausguss gilt für das definierte Volumen die aus dem Behälter ausgeflossene Flüssigkeit, die zwischen zwei Maßraumbegrenzungen des Behälters eingeschlossen war.

#### **Massebestimmung**

Bei Anwendung gravimetrischer Prüfverfahren kann die Masse durch einfache Wägung oder durch Substitutionswägemethoden bestimmt werden. Das Wägeverfahren ist entsprechend dem Verwendungszweck des Normalmessbehälters (Prüfling) festzulegen. Die Umrechnung in Volumeneinheiten erfolgt jeweils nach Abschluss der Wägeserie.

#### **Abtropfzeit**

Als Abtropfzeit eines Normalmessbehälters gilt die Zeit, die nach der Entleerung des Behälters mit kontinuierlichem Durchfluss (ab Zeitpunkt des Abreißens des zusammenhängenden Flüssigkeitsstrahles) beginnt und mit der vollständigen Entleerung des Behälters (bei verbleibendem Benetzungsrückstand) endet.

#### **Anmerkung:**

Die Abtropfzeit für Normalmessbehälter beträgt vorzugsweise 30 s. Sind Normalmessbehälter zur Volumenbestimmung von Flüssigkeiten mit einer Viskosität über 10 mPa·s vorgesehen, so sind dafür besondere Abtropfzeiten festzulegen (siehe PTB-Prüfregeln Band 26, Teil I). Sollen Normalmessbehälter für Messgutviskositäten über 20 mPa·s verwendet werden, so sind bautechnische und organisatorische Vorkehrungen zum Reinigen des Behälters vor jeder Messung zu treffen und auf dem Kennzeichnungsschild oder dem Prüfschein festzulegen.

#### **Benetzungsrückstand**

Der Benetzungsrückstand ist das nach vollständiger Entleerung unter Beachtung der Abtropfzeit durch Oberflächenbenetzung verbleibende Flüssigkeitsvolumen im Normalmessbehälter.

#### **Trockener Behälter**

Ein Behälter gilt als trocken, wenn er nach seiner Verwendung eine Stunde lang abgetropft ist.



Weitere Begriffe nach PTB-Prüfregeln Band 26, Teil I.

### 1.3 Abkürzungen

|           |  |
|-----------|--|
| Skw       | Skalenteilungswert   |
| QM-System | Qualitätsmanagementsystem  |
| GUM       | Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit) – siehe /2/. |

### 1.4 Formelzeichen

#### 1.4.1 Großbuchstaben

|            |   |
|------------|---|
| $K_{LA}$   | Luftauftriebskorrekturfaktor  |
| $LSS$      | letzte signifikante Stelle eines Tabellenwertes   |
| <b>Max</b> | Maximallast der Waage   |
| $MPE$      | Grenzwert der Messabweichung (Maximum Permissible Error), allgemein (Betrag)  |
| $MPE_N$    | Grenzwert der Messabweichung des Normals bezogen auf sein Nennvolumen (Betrag)  |
| $MPE_P$    | Grenzwert der Messabweichung des Prüflings bezogen auf sein Nennvolumen (Betrag)  |
| $MPEV$     | Eichfehlergrenze (Betrag)   |
| $OG$       | oberer Grenzwert  |
| $U$        | erweiterte Messunsicherheit ( $k=2$ ), allgemein  |
| $UG$       | unterer Grenzwert   |
| $U_N$      | erweiterte Messunsicherheit die dem Ergebnis der Kalibrierung des verwendeten Bezugsnormals beigeordnet wurde (Kenntnis aus Kalibrierschein des Bezugsnormals)  |
| $U_P$      | erweiterte Messunsicherheit, die dem Ergebnis der Kalibrierung des zu prüfenden Normalmessbehälters beigeordnet werden kann; die erweiterte Messunsicherheit $U_P$ ist für einen Erweiterungsfaktor ( $k=2$ ) anzugeben |
| $U_y$      | erweiterte Messunsicherheit, die einer (allgemeinen) Ergebnisgröße $Y$ beigeordnet werden kann  |
| $V_{OEX}$  | Ausguss-Volumen des Normalmessbehälters bei Referenztemperatur  |
| $V_{OIN}$  | Einguss-Volumen des Normalmessbehälters bei Referenztemperatur  |
| $V_{ON}$   | Behältervolumen des Normals bei Referenztemperatur  |
| $V_{OP}$   | Behältervolumen des Prüflings bei Referenztemperatur  |
| $V_{FN}$   | Volumen der Prüfflüssigkeit im Normal bei Betriebstemperatur  |
| $V_{FP}$   | Volumen der Prüfflüssigkeit im Prüfling bei Betriebstemperatur  |
| $V_{FW}$   | Volumen der Prüfflüssigkeit, durch Wägung bestimmt, bei Betriebstemperatur  |
| $V_N$      | Behältervolumen des Normals bei Betriebstemperatur  |
| $V_{NomN}$ | Bekanntes Nennvolumen des Normals (bei Referenztemperatur)<br>(identisch mit Bezeichnung des Normalmessbehälters)   |
| $V_{NomP}$ | Bekanntes Nennvolumen des Prüflings (bei Referenztemperatur)<br>(identisch mit Bezeichnung des Normalmessbehälters)   |
| $V_P$      | Behältervolumen des Prüflings bei Betriebstemperatur  |
| $W$        | Wägewert  |

|                               |   |
|-------------------------------|---|
| $W_{\text{BehG}}$             | Wägewert der unkorrigierten Normal-Wägestücke für die Tarawertbestimmung des Wägebehälters mittels Komparator   |
| $W_{\text{F}}$                | Wägewert der Prüfflüssigkeit  |
| $W_{\text{GF}}$               | Wägewert der unkorrigierten Normal-Wägestücke (Nennwert) für die Nettowertbestimmung der Prüfflüssigkeit mittels Komparator   |
| $W_{\text{G}}$                | Wägewert der unkorrigierten Normal-Wägestücke (Nennwert) für die Bruttowertbestimmung des gefüllten Wägebehälters mittels Komparator                                    |
| $W_{\text{IND1, 2}}$          | Anzeige der Waage für den Wägewert 1 bzw. 2   |
| $X_1$ bis $X_n$               | Eingangsgrößen bzw. Einflussgrößen, unsicherheitsbehaftet   |
| $Y$                           | Ergebnisgröße   |
| $\Delta V_{\text{ON}}$        | Korrektion der Messabweichung für das Nennvolumen des Normals bei Referenztemperatur (aus Kalibrierschein)  |
| $\Delta V_{\text{OP}}$        | Korrektion der Messabweichung für das Nennvolumen des Prüflings bei Referenztemperatur (Ergebnisgröße)  |
| $\Delta V_{\text{INDN}}$      | Abweichung der Volumenanzeige (Flüssigkeitsstand), Volumen des Prüflings abgelesen am Normal bei Betriebstemperatur (Ergebnisgröße)                                     |
| $\Delta V_{\text{INDP}}$      | Abweichung der Volumenanzeige (Flüssigkeitsstand), Volumen des Normals abgelesen am Prüfling bei Betriebstemperatur (Ergebnisgröße)                                     |
| $\Delta V_{\text{SkaleN}}$    | Messabweichung der Skale (Strichmarken) des Normals für das Behältervolumen bei Referenztemperatur  |
| $\Delta V_{\text{SkaleP}}$    | Messabweichung der Skale (Strichmarken) des Prüflings für das Behältervolumen bei Referenztemperatur in Volumeneinheiten  |
| $\Delta V_{\text{SkaleP}} \%$ | Messabweichung der Skale (Strichmarken) des Prüflings für das Behältervolumen bei Referenztemperatur in Prozent   |
| $V_{0\text{SkaleP}}$          | Strichmarke für das Nennvolumen des Prüflings bei Referenztemperatur  |
| $V_{0\text{SkaleP1}}$         | Teilvolumen für eine Strichmarke für den Anzeigebereich einer Skale des Prüflings bei Referenztemperatur  |
| $\Delta W_{\text{CPL}}$       | Messabweichung der Waage im Belastungspunkt (aus Prüfschein der Waage)  |
| $\Delta W_{\text{GF}}$        | Messabweichung der Normal-Wägestücke für die Nettowertbestimmung der Prüfflüssigkeit  |
| $\Delta W_{\text{IND}}$       | Abweichung der Anzeige der Waage bzw. des Komparators für den Wägewert des Wägebehälters und/oder der Prüfflüssigkeit gegenüber dem Wägewert der Normal-Wägestücke      |
| $\delta V_{\text{AbN}}$       | unbekannte Abweichung des Volumens der Prüfflüssigkeit gegenüber dem Volumen des Normals durch unterschiedliche/ungleichmäßige Benetzung im Normal (Abtropfverhalten)   |
| $\delta V_{\text{AbP}}$       | unbekannte Abweichung des Volumens der Prüfflüssigkeit gegenüber dem Volumen des Normals durch unterschiedliche/ungleichmäßige Benetzung im Prüfling (Abtropfverhalten) |
| $\delta V_{\text{INDN}}$      | unbekannte Abweichung der Volumenanzeige am Normal durch unvollkommene Ablesung (Parallaxe, Skalenaufösung)   |
| $\delta V_{\text{INDP}}$      | unbekannte Abweichung der Volumenanzeige am Prüfling durch unvollkommene Ablesung (Parallaxe, Skalenaufösung)   |
| $\delta V_{\text{LN}}$        | unbekannte Abweichung des Volumens der Prüfflüssigkeit gegenüber dem Volumen des Normals durch Lufteinschlüsse in der Prüfflüssigkeit                                   |
| $\delta V_{\text{LP}}$        | unbekannte Abweichung des Volumens der Prüfflüssigkeit gegenüber dem Volumen des Prüflings durch Lufteinschlüsse in der Prüfflüssigkeit                                 |
| $\delta V_{\text{Verl}}$      | unbekannte Abweichung des Volumens der Prüfflüssigkeit durch Flüssigkeitsverluste infolge Verdunstung und/oder Umfüllung von einem Behälter in den anderen Behälter     |

|                  |   |
|------------------|---|
| $\delta V_{ZN}$  | unbekannte Abweichung des Volumens der Prüfflüssigkeit gegenüber dem Volumen des Normal durch die Volumenabgrenzung (z. B. Meniskusbildung an der Abgrenzungsstelle, mathematische Rundung des abgelesenen Wertes)    |
| $\delta V_{ZP}$  | unbekannte Abweichung des Volumens der Prüfflüssigkeit gegenüber dem Volumen des Prüflings durch die Volumenabgrenzung (z. B. Meniskusbildung an der Abgrenzungsstelle, mathematische Rundung des abgelesenen Wertes) |
| $\delta W_{CPL}$ | Messunsicherheit des Komparators für den jeweiligen Belastungspunkt   |
| $\delta W_D$     | unbekannte Abweichung des Wägewertes durch zeitliche Drift der Anzeige der Waage  |
| $\delta W_E$     | unbekannte Abweichung des Wägewertes durch Empfindlichkeitsänderung der Waage oder des Komparators  |
| $\delta W_{GF}$  | unbekannte Abweichung der Normal-Wägestücke für die Nettowertbestimmung der Prüfflüssigkeit mittels Komparator  |
| $\delta W_{IND}$ | unbekannte Abweichung der Anzeige des Wägewertes durch unvollkommene Ablesung (Parallaxe, Skalenauflösung)  |
| $\delta W_P$     | unbekannte Abweichung des Wägewertes durch exzentrische Lastauflage auf der Waage oder dem Komparator   |

#### 1.4.2 Kleinbuchstaben

|                       |  |
|-----------------------|--|
| $d_d$                 | Digitalschritt (Zifferschritt)   |
| $e$                   | Eichwert der Waage   |
| $f$                   | Symbol für „Funktion“  |
| $k$                   | Erweiterungsfaktor zur Berechnung der erweiterten Messunsicherheit ( $U_y = k \times u_y$ )  |
| $m_F$                 | Masse der Prüfflüssigkeit  |
| $t_O$                 | Referenztemperatur   |
| $t_F$                 | Betriebstemperatur der Prüfflüssigkeit   |
| $t_{INDN}$            | Anzeige des Thermometers für die Temperatur der Prüfflüssigkeit im Normal  |
| $t_{INDP}$            | Anzeige des Thermometers für die Temperatur der Prüfflüssigkeit im Prüfling  |
| $t_N$                 | Betriebstemperatur des Normal  |
| $t_P$                 | Betriebstemperatur des Prüflings   |
| $u_N$                 | Standardmessunsicherheit des Normal  |
| $u_{x1}$ bis $u_{xn}$ | Standardunsicherheit der Eingangsgrößen bzw. Einflussgrößen  |
| $u_{x1}$ bis $u_{xn}$ | Standardunsicherheit der Eingangsgrößen an der Standardunsicherheit der Ergebnisgröße  |
| $u_y$                 | Standardmessunsicherheit der Ergebnisgröße (kombinierte Standardmessunsicherheit)  |
| $x_1$ bis $x_n$       | Schätzwerte der Eingangsgrößen $X_1$ bis $X_n$   |
| $\Delta t_{INSTRN}$   | Messabweichung der Temperaturanzeige des Thermometers gegenüber der Temperatur der Prüfflüssigkeit im Normal (aus Prüfschein zum Thermometer)            |
| $\Delta t_{INSTRP}$   | Messabweichung der Temperaturanzeige des Thermometers gegenüber der Temperatur der Prüfflüssigkeit im Prüfling (aus Prüfschein zum Thermometer)          |
| $\delta t_{INDN}$     | unbekannte Abweichung der Temperaturanzeige am Thermometer für die Prüfflüssigkeit im Normal durch unvollkommene Ablesung (Parallaxe, Skalenauflösung)   |
| $\delta t_{INDP}$     | unbekannte Abweichung der Temperaturanzeige am Thermometer für die Prüfflüssigkeit im Prüfling durch unvollkommene Ablesung (Parallaxe, Skalenauflösung) |
| $\delta t_{RN}$       | unbekannte Abweichung der Temperatur der Prüfflüssigkeit im Normal infolge örtlicher   |

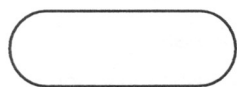
|                 |   |
|-----------------|---|
|                 | (räumlicher) Temperaturunterschiede (Temperaturgradient)  |
| $\delta t_{RP}$ | unbekannte Abweichung der Temperatur der Prüfflüssigkeit im Prüfling infolge örtlicher (räumlicher) Temperaturunterschiede (Temperaturgradient) |

### 1.4.3 Griechische Buchstaben

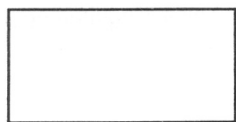
|                  |  |
|------------------|--|
| $\alpha$         | thermischer Volumenausdehnungskoeffizient  |
| $\alpha_{OF}$    | thermischer Ausdehnungskoeffizient der Prüfflüssigkeit bei Referenztemperatur  |
| $\alpha_{ON}$    | thermischer Ausdehnungskoeffizient des Normals bei Referenztemperatur  |
| $\alpha_{OP}$    | thermischer Ausdehnungskoeffizient des Prüflings bei Referenztemperatur  |
| $\alpha_F$       | thermischer Volumenausdehnungskoeffizient der Prüfflüssigkeit  |
| $\alpha_N$       | thermischer Volumenausdehnungskoeffizient des Normals  |
| $\alpha_P$       | thermischer Volumenausdehnungskoeffizient des Prüflings  |
| $\rho_{OF}$      | Dichte der Prüfflüssigkeit bei Referenztemperatur  |
| $\rho_{OG}$      | Dichte der Normal-Wägestücke bei Referenztemperatur  |
| $\rho_{OL}$      | Dichte der Luft bei Referenzbedingungen  |
| $\rho_F$         | Dichte der Prüfflüssigkeit bei Betriebstemperatur  |
| $\rho_G$         | Dichte des Werkstoffes der verwendeten (Normal-)Gewichtstücke<br>(im allgemeinen für konventionellen Wägewert 8000 kg/m <sup>3</sup> ) |
| $\rho_L$         | Dichte der Luft bei Betriebstemperatur   |
| $\delta\alpha_F$ | unbekannte Abweichung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Prüfflüssigkeit   |
| $\delta\alpha_N$ | unbekannte Abweichung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Normals   |
| $\delta\alpha_P$ | unbekannte Abweichung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Prüflings   |
| $\delta\rho_F$   | unbekannte Abweichung der Dichte der Prüfflüssigkeit   |
| $\delta\rho_G$   | unbekannte Abweichung der Dichte der Normal-Wägestücke   |
| $\delta\rho_L$   | unbekannte Abweichung der Luftdichte   |



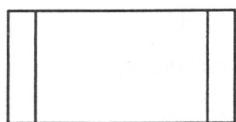
## 1.5 Flussdiagrammsymbolik



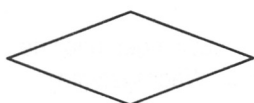
Beginn oder Ende des Programmflusses



Tätigkeit



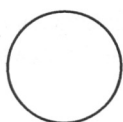
Vordefinierter Vorgang



Verzweigung, Entscheidung



Protokolle, Aufzeichnungen, Dokumente



Schnittstelle



Prüftätigkeit

## 2 Verzeichnis der Vorschriften und Regelungen

Werden Normalmessbehälter im deutschen Eichwesen angewendet, sind folgende Vorschriften und Regelungen zu beachten:

|  |          |
|--|----------|
| Eichgesetz (EichG)   | /3/      |
| Eichordnung (EO)   | /4/      |
| Eichordnung Anlage 4 (EO 4)  | /5/, /4/ |
| Eichordnung Anlage 5 (EO 5)  | /6/, /4/ |
| EWG-Richtlinie 71/319/EWG (Zähler für Flüssigkeiten außer Wasser)  | /7/      |
| EWG-Richtlinie 71/348/EWG (Zusatzeinrichtungen zu Volumenzählern für Flüssigkeiten außer Wasser)                           | /8/      |
| EWG-Richtlinie 77/313/EWG (Messanlagen für Flüssigkeiten außer Wasser)   | /9/      |
| Eichanweisung Nr. 5 –EA 5– Richtlinie für die Eichung und Prüfung von Messgeräten für strömende Flüssigkeiten außer Wasser | /10/     |

|   |      |
|---|------|
| Verwaltungsvorschrift: Gesetzliches Messwesen – Allgemeine Regelungen (GM – AR)   | /11/ |
| Leitfaden für die Erstellung von Bescheinigungen  | /12/ |
| PTB-Anforderungen 5 –PTB-A-5– Messanlagen für Flüssigkeiten außer Wasser  | /13/ |
| PTB-Prüfregeln Band 26: Normalmessbehälter aus Metall zur statischen Bestimmung von Flüssigkeitsvolumen, Teil I: Technische Anforderungen | /1/  |
| OIML R 111 Weights of accuracy classes ..., Part 1: Metrological and Technical Requirements   | /14/ |

Zur weiteren Information wird auf die nachfolgenden Normative verwiesen:

|   |      |
|---|------|
| DIN 19217: Messanlagen für Flüssigkeiten außer Wasser; (OIML R 117: 1995)   | /15/ |
| DIN EN ISO 8316: Durchflussmessung von Flüssigkeiten in geschlossenen Leitungen – Verfahren der Volumenbestimmung mit einem Messbehälter                                | /16/ |
| DIN EN 24185: Durchflussmessung von Flüssigkeiten in geschlossenen Leitungen – Wägeverfahren  | /17/ |
| DIN ISO 9368-1: Durchflussmessung von Flüssigkeiten in geschlossenen Leitungen nach dem Wägeverfahren – Verfahren zum Prüfen der Messeinrichtungen, Ruhende Wägesysteme | /18/ |

### 3 Verfahrensablauf bei der Prüfung von Normalmessbehältern

#### 3.1 Allgemeines

Die Prüfung eines Normalmessbehälters beginnt mit der Beurteilung seiner Ausführung auf Einhaltung der technischen Anforderungen nach PTB-Prüfregeln Band 26, Teil I /1/. Wird die Ausführung als geeignet beurteilt, so schließt sich die messtechnische Prüfung mit der Beurteilung auf Einhaltung der Grenzwertforderungen für Messabweichungen nach /1/ und Messunsicherheit nach /2/, /19/ an.

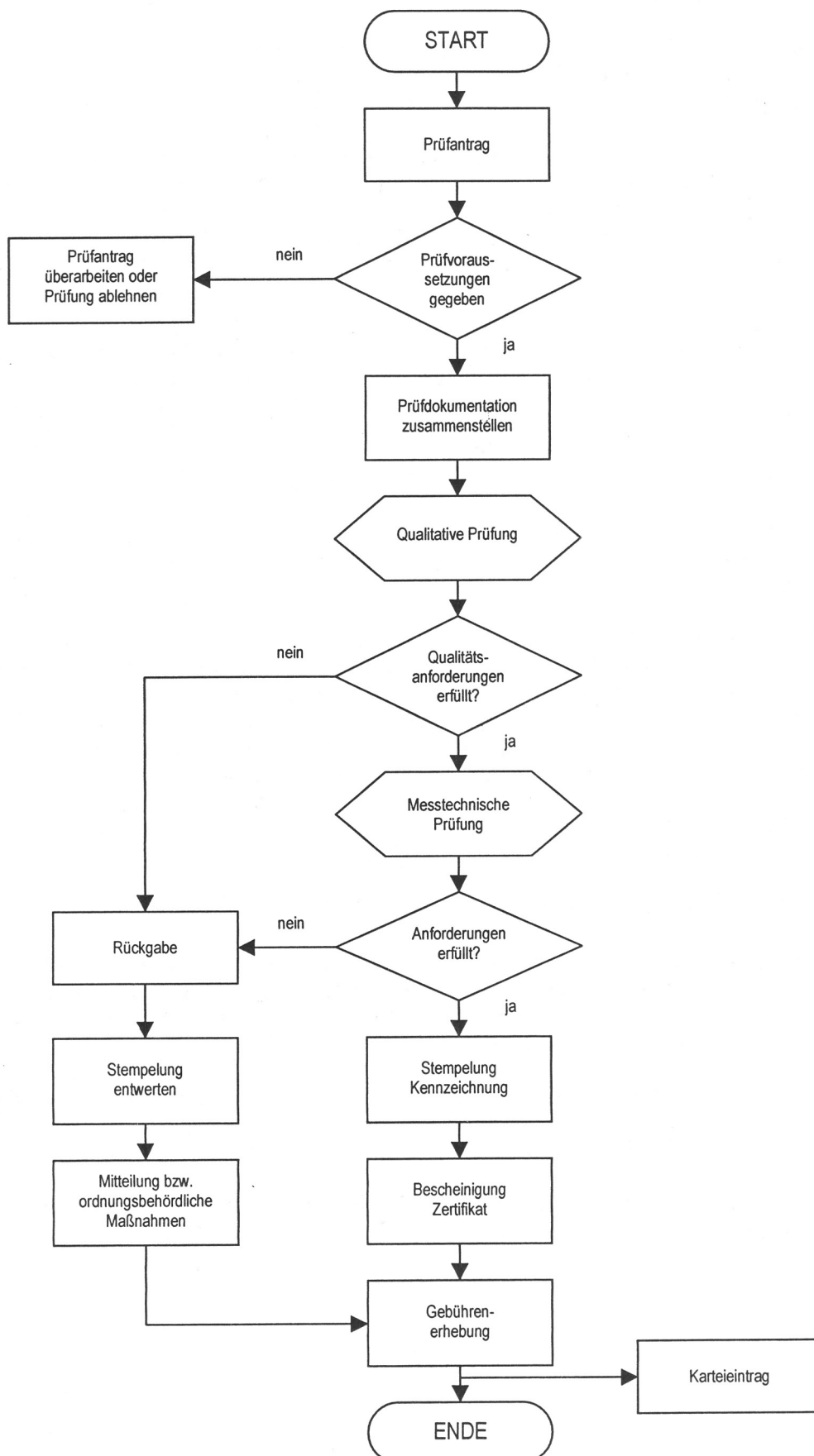
Die dazu vorgesehenen Messverfahren sind unter dem Gesichtspunkt der Genauigkeitsanforderungen und Reproduzierbarkeit der Messergebnisse auszuwählen. Im messtechnischen Teil der Prüfung wird ein unmittelbarer oder mittelbarer Vergleich der Anzeigen von Normalmessbehälter (Prüfling) mit der eines geeigneten höheren Normals vorgenommen. Dabei sind erforderliche Korrekturen und Messunsicherheiten zu berücksichtigen.

Es werden zwei grundsätzliche, in ihrer Ausführung modifizierbare Messverfahren unterschieden:

- volumetrisches Messverfahren
- gravimetrisches Messverfahren.

Normalmessbehälter können „auf Ausguss (Bestimmung des Volumens  $V_{OEX}$ )“ oder „auf Einguss (Bestimmung des Volumens  $V_{OIN}$ )“ geprüft werden /20/. Für eine Prüfung „auf Ausguss“ sind die Normalmessbehälter vor der messtechnischen Prüfung ordnungsgemäß zu benetzen. Normalmessbehälter für Einguss müssen vor ihrer Prüfung bzw. Anwendung trocken sein.

## 3.2 Organisatorischer Verfahrensablauf (Übersicht)



### **3.3 Beschreibung der Prüfverfahren, Messtechnische Prüfung**

#### **3.3.1 Kurzbeschreibung des volumetrischen Messverfahrens**

Die Prüfung beinhaltet die Bestimmung der Messabweichung des zu prüfenden Normalmessbehälters (Prüfling) durch Kalibrierung und die anschließende Bewertung auf Einhaltung vorgegebener Grenzwertforderungen für die Messabweichung.

Das Kalibrierverfahren beinhaltet die Zuordnung der Anzeige des Normalmessbehälters (Prüfling) zu einem bekannten Flüssigkeitsvolumen, welches seinerseits mit Hilfe eines Bezugsnormals eingestellt wurde.

Haupteinfluss auf die Kalibrierung haben die Temperatur von Behälter und Flüssigkeit. Ihre Berücksichtigung ist in den Abschnitten 6.2.2.1 und 6.3.1 beschrieben.

Beträgt die festgestellte relative Messabweichung des Prüflings weniger als 10 Prozent des vorgegebenen Grenzwertes der Messabweichung und beträgt die Abweichung der Betriebstemperatur des Prüflings von seiner Referenztemperatur nur wenige Zehntelgrad, so kann die diesbezügliche temperaturbedingte Volumenabweichung bei der späteren Verwendung des Prüflings vernachlässigt werden. Anderenfalls ist dieser Einfluss zu korrigieren oder bei der Messunsicherheitsbewertung zu berücksichtigen.

#### **3.3.2 Kurzbeschreibung des gravimetrischen Messverfahrens**

Die Prüfung beinhaltet die Bestimmung der Messabweichung des zu prüfenden Normalmessbehälters (Prüfling) durch Kalibrierung und die anschließende Bewertung auf Einhaltung vorgegebener Grenzwertforderungen für die Messabweichung.

Das Kalibrierverfahren beinhaltet die gravimetrische Volumenbestimmung der im Normalmessbehälter (Prüfling) eingeschlossenen (eingestellten) Prüfflüssigkeit. Dazu wird die Prüfflüssigkeitsmenge entweder aus dem Prüfling in einen Wägebehälter gefüllt (Variante 1) oder aus einem Wägebehälter in den Prüfling eingefüllt (Variante 2) und jeweils die Masse der betreffenden Flüssigkeitsmenge bestimmt. Aus der Masse und der Dichte der Prüfflüssigkeit werden unter Beachtung der erforderlichen Korrekturen für Luftauftrieb und Temperatur das (richtige) Volumen des Prüflings sowie dessen Abweichung vom Nennvolumen bestimmt.

Haupteinflüsse sind die Temperaturen von Prüfflüssigkeit und Behälter sowie der Luftauftrieb. Ihre Berücksichtigung ist in den Abschnitten 6.2.2.2 und 6.3.2 beschrieben.

#### **3.3.3 Kurzbeschreibung des Messverfahrens für die Skale eines Normalmessbehälters**

Die Prüfung beinhaltet, nach erfolgter Nullpunktjustierung der Skale (Anzeige Nennvolumen bei Bezugstemperatur), deren Kalibrierung am unteren und oberen Skalenende zur Bestimmung der Messabweichung an diesen Punkten sowie eine nachfolgende Bewertung der Übereinstimmung mit den vorgegebenen Grenzwertforderungen nach PTB-Prüfregeln Band 26, Teil I.

Die Kalibrierung erfolgt üblicherweise ausgehend vom Nullpunkt der Skale durch Hinzufügen oder Wegnehmen von Flüssigkeit, deren Volumen dann volumetrisch bestimmt wird. Dabei sind die im Abschnitt 6.2.2.1 angegebenen Arbeitsschritte und Umrechnungen sinngemäß anzuwenden.

Bei bekannter Geometrie dem der Skale zuzuordnenden Teils des zu prüfenden Normalmessbehälters kann die Kalibrierung auch durch Längenmessung erfolgen.

## 4 Mess- und Prüfmittel

### 4.1 Allgemeines

Alle Einrichtungen, die für Kalibrierungen verwendet werden, einschließlich Mittel für Hilfsmessungen und solche, die einen signifikanten Einfluss auf die Genauigkeit und Gültigkeit des Ergebnisses der Prüfungen haben, müssen selbst kalibriert oder geprüft sein. Die Kalibrierwerte müssen rückführbar sein auf nationale oder internationale Normale.

Die Kalibrierung/Prüfung der Bezugsnormale darf vorgenommen werden durch

- die Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB),
- die für das gesetzliche Messwesen zuständigen Länderbehörden,
- Kalibrier- oder Prüflaboratorien mit nachgewiesener messtechnischer Kompetenz.

Spezifische Forderungen über Umgebungsbedingungen, Aufstellung, Betriebsweise und einzuhaltender Arbeitsschutz bei der Handhabung der Mess- und Prüfmittel sind zu beachten.

### 4.2 Bezugsnormale für das volumetrische Messverfahren

Die für die Kalibrierung nach dem volumetrischen Messverfahren verwendeten Bezugsnormale müssen kalibriert und ausreichend messbeständig sein. Üblicherweise werden auch die Bezugsnormale in Genauigkeitsklassen eingeordnet.

Die den Ergebnissen der Kalibrierung der Bezugsnormale beigeordneten erweiterten Messunsicherheiten  $U_N$  dürfen eine geforderte Zielunsicherheit nicht überschreiten: /11/ Dem entsprechend sind die Genauigkeitsklassen der Bezugsnormale zu wählen.

Tabelle 4.2:

| Forderungen an verwendete Bezugsnormale:                               |  |
|--|--|
| Fehlergrenzen (Genauigkeitsklasse) des zu prüfenden Normalmessbehälter | Fehlergrenzen (Genauigkeitsklasse) des verwendeten Normals |
| $MPE_P \geq 0,1 \%$  | $MPE_N < 1/5 \cdot MPE_P$                                  |
| $MPE_P < 0,1 \%$   | $MPE_N < 1/3 \cdot MPE_P$                                  |

Beim gravimetrischen Prüfverfahren sollten sich die für das volumetrische Verfahren genannten Grenzwerte für die Messabweichungen zu gleichen Teilen auf die Normale zur Ermittlung der Masse und der Dichte aufteilen (siehe Abschnitt 4.5).

### 4.3 Prüflüssigkeit

Abhängig von den vorgeschriebenen Grenzwerten für den zu prüfenden Normalmessbehälter sind Prüflüssigkeiten entsprechend Tabelle 4.3 in geeigneter Qualität zu verwenden.

Tabelle 4.3:

| Grenzwerte für die Messabweichung des zu prüfenden Behälters | Prüflüssigkeit   |
|--|--|
| $MPE_P \geq 0,1 \%$  | luftfreies Trinkwasser, Richtwerte nach Tabelle 2.1 des Anhangs zu dieser Prüfregel /21/ |
| $0,1 \% > MPE_P > 0,02 \%$                                   | entionisiertes, luftfreies Trinkwasser mit einer Leitfähigkeit $\leq 500 \mu\text{S/cm}$ |
| $0,02 \% \geq MPE_P$   | destilliertes Wasser   |

## 4.4 Mess- und Prüfmittel für das volumetrische Messverfahren

Tabelle 4.4:

| Kalibrier-/<br>Prüfaufgabe  | Mess- und<br>Prüfeinrichtungen/<br>Normale  | Forderungen an Grenzwerte der<br>Messabweichung für verwendete Prüfmittel   | Max.<br>zeitl.<br>Abstand<br>von Kali-<br>brierun-<br>gen/Prü-<br>fungen<br>(Jahre) <sup>1)</sup> | Hinweise   |
|---|---|---|---|--|
| Volumetrische<br>Ermittlung des<br>Volumens des<br>Prüflings      | Normalmessbehälter<br>aus<br>– Metall<br>– Glas   | gemäß Tabellen 4.2 und 4.3;<br>$V_{\text{NomP}} = V_{\text{NomN}}$<br>(Volumen von Prüfling und Normal sind gleich)<br>oder:<br>$V_{\text{NomP}} = n \cdot V_{\text{NomN}}$ ( $n = \text{ganze Zahl}$ )<br>(Prüflingsvolumen ist Vielfaches vom Normal) | 5<br>unbefrist.   | vorzugsweise<br>Überlaufpipetten<br>mit Volumen-<br>begrenzung;<br>möglichst wenig<br>Teilvolumina für<br>Prüfling                               |
| Temperatur-<br>bestimmung<br>– Prüfflüssig-<br>keit<br>– Behälter | Thermometer (zum<br>Eintauchen in<br>Prüfflüssigkeit oder<br>Temperaturtasche<br>sowie zum Anbringen<br>am Behälter);<br>Mindestmessbereich<br>10 – 30 °C | Wenn $MPE_p \geq 0,1\%$ ,<br>dann $Sk_w$ bzw. $d_d \leq 0,1\text{ °C}$ .<br>Wenn $MPE_p < 0,1\%$ ,<br>dann $Sk_w$ bzw. $d_d \leq 0,01\text{ °C}$ .  | 5   | vorzugsweise<br>Elektrothermo-<br>meter verwenden;<br>Kontaktflüssigkeit<br>in Temperat-<br>tasche einbringen;<br>Verwendungs-<br>zweck beachten |
| Temperatur-<br>bestimmung<br>– Umgebung                           |   | gemäß Abschnitt 5.1 und/oder 5.2  |   |  |
| Skalenprüfung<br>– Füllmarke<br>– Linearität                      | Vollpipette, Mess-<br>pipette (Metall/Glas)<br>Stahlmaßstab   | gemäß Tabellen 4.2 und 4.3<br>$MPE_N \leq 0,1\text{ mm}$  | unbefrist.<br>10  | Skalenanfangs-<br>und Skalenendwert<br>Bestimmung des<br>Teilstrichabstands  |
| Luftfeuchte-<br>messung   | Psychrometer<br>30 – 100 %  | $MPE_N \leq 5\%$  | 5   |  |
| Abtropfzeit-<br>messung   | Stoppuhr  | $Sk_w$ bzw. $d_d \leq 0,1\text{ s}$   | unbefrist.  |  |
| Kontrolle der Be-<br>hälteraufstellung                            | Richtwaage,<br>Kreuzlibelle,<br>Dosenlibelle, Lot   | Empfindlichkeit $\leq 5\text{ mm} / 1000\text{ mm}$   | unbefrist.  | Senkrechte Posi-<br>tion der Behälter  |

<sup>1)</sup> Angegebene Zeiträume sind Obergrenzen, die im QM-System des Nutzers präzisiert werden können.

Erfüllen die zur Verfügung stehenden Mess- und Prüfmittel nicht die in Tabelle 4.4 aufgestellten Forderungen, so sind entsprechende Korrekturen anzubringen, die zu erwartende Messunsicherheit neu zu bewerten und das Ziel der Ergebnisgröße neu festzulegen.

## 4.5 Mess- und Prüfmittel für das gravimetrische Messverfahren

Tabelle 4.5:

| Kalibrier-/<br>Prüfaufgabe  | Mess- und<br>Prüfeinrichtungen/<br>Normale  | Forderungen an Grenzwerte der<br>Messabweichung für verwendete Prüfmittel  | Max.<br>zeitl.<br>Abstand<br>von Kali-<br>brierun-<br>gen/Prü-<br>fungen<br>(Jahre) <sup>1)</sup> | Hinweise   |
|---|---|--|---|--|
| Gravimetrische<br>Ermittlung des<br>Volumens des<br>Prüflings     | geeichte<br>Präzisionswaage<br>(einfache Wägung)  | gemäß Tabelle 4.2<br>$\text{Max der Waage} \geq \bar{W}_{FW}$ und<br>$e \leq 0,2 \cdot MPE_P \cdot W_{FW}$   | 1   | Wägebereich muss<br>sowohl Tara- als<br>auch Bruttogewicht<br>einschließen;<br>Messabweichung<br>der Waage bei<br>Prüfpunkt ggf.<br>korrigieren  |
|   | Massekomparator<br>(Substitutions-<br>wägemethode)  | gemäß Tabelle 4.2<br>$d_d \leq 0,02 \cdot MPE_P \cdot W_{FW}$  |   |  |
| Darstellung der<br>Masse  | Gewichtstücke   | $MPE_N \leq \frac{1}{2} \cdot \frac{1}{3} MPE_P$   | 1   | möglichst geringe<br>Stückelung;<br>Gewichtstücke<br>gemäß OIML R111<br>verwenden  |
| Dichte-<br>bestimmung der<br>Prüfflüssigkeit                      | Dichtemessgeräte:   | $MPE_N \leq \frac{1}{2} \cdot \frac{1}{3} MPE_P$   |   |  |
|   | z. B.<br>– Aräometer  | $Skw \leq 0,5 \text{ kg/m}^3$  | 10  |  |
|   | – Pyknometer<br>– Tauchkugel  | $d_d \leq 0,01 \text{ g (Waage)}$  | 4   |  |
|   | – Elektronisches<br>Dichtemessgerät   | $d_d \leq 0,01 \text{ kg/m}^3$   | 2   |  |
| Temperatur-<br>bestimmung<br>– Prüfflüssig-<br>keit<br>– Behälter | Thermometer (zum<br>Eintauchen in<br>Prüfflüssigkeit oder<br>Temperaturtasche<br>sowie zum Anbringen<br>am Behälter);<br>Mindestmessbereich<br>10 – 30 °C | Wenn $MPE_P \geq 0,1\%$ ,<br>dann $Skw$ bzw. $d_d \leq 0,1^\circ\text{C}$ .<br>Wenn $MPE_P < 0,1\%$ ,<br>dann $Skw$ bzw. $d_d \leq 0,01^\circ\text{C}$ . | 5   | vorzugsweise<br>Elektrothermo-<br>meter verwenden;<br>Kontaktflüssigkeit<br>in Temperat-<br>tasche einbringen;<br>Verwendungs-<br>zweck beachten |
| Temperatur-<br>bestimmung<br>– Umgebung                           | gemäß Abschnitt 5.1 und/oder 5.2  |  |   |  |
| Luftdruck-<br>messung   | Stationsbarometer   | $Skw \leq 0,1 \text{ kPa}$   | 5   | für Behälter ab<br>Genauigkeit<br>$MPE_P \leq 0,05\%$  |
| Skalenprüfung<br>– Füllmarke<br>– Linearität                      | Vollpipette, Mess-<br>pipette (Metall/Glas)   | gemäß Tabellen 4.2 und 4.3   | unbefrist.  | Skalenanfangs-<br>und Skalenendwert<br>Bestimmung des<br>Teilstrichabstands  |
|   | Stahlmaßstab  | $MPE_N \leq 0,1 \text{ mm}$  | 10  |  |
| Luftfeuchte-<br>messung   | Psychrometer<br>30 – 100 %  | $MPE_N \leq 5\%$   | 5   |  |
| Abtropfzeit-<br>messung   | Stoppuhr  | $Skw$ bzw. $d_d \leq 0,1 \text{ s}$  | unbefrist.  |  |
| Kontrolle der Be-<br>hälteraufstellung                            | Richtwaage,<br>Kreuzlibelle,<br>Dosenlibelle, Lot   | Empfindlichkeit $\leq 5 \text{ mm} / 1000 \text{ mm}$  | unbefrist.  | Senkrechte Posi-<br>tion der Behälter  |

<sup>1)</sup> Angegebene Zeiträume sind Obergrenzen, die im QM-System des Nutzers präzisiert werden können.

## 4.6 Hilfsmittel für die Kalibrierung

### 4.6.1 Allgemeines

Hilfsmittel dienen der Durchführung der Kalibrierung. Sie sind grundsätzlich in ihrer Beschaffenheit so zu gestalten, dass keine oder nur geringe Beeinträchtigungen des Messergebnisses eintreten. Tritt eine Beeinflussung des Messergebnisses ein, so ist dieser Einfluss zur Ermittlung der Messunsicherheit zu quantifizieren.

### 4.6.2 Spezielle Anforderungen

#### 4.6.2.1 Einrichtungen zur Entionisierung des Wassers

Einrichtungen zur Entionisierung des Wassers sind so auszuwählen und zu betreiben, dass betriebsmäßig benötigte Durchflüsse und Flüssigkeitsmengen mit der in Abschnitt 4.3 geforderten Qualität bereitgestellt werden können. Soweit die Reinheit der bereitgestellten Prüfflüssigkeit nicht durch Messung überprüft wird, sind die Betriebsvorschriften der Entionisierungsgerätschaften bezüglich Regenerierung und Verschleiß chemischer Bestandteile sowie wesentlicher Betriebsparameter einzuhalten

#### 4.6.2.2 Behältnisse zur Bereitstellung und zeitweisen Aufnahme der Prüfflüssigkeit Wasser

Die Behältnisse müssen sauber und gegen chemische Auslaugung durch Wasser so beständig sein, dass die Reinheitsforderungen nach Abschnitt 4.3 eingehalten werden. Zur Vermeidung von Verdunstung müssen die Behälter verschlossen oder abgedeckt sein.

#### 4.6.2.3 Hochbehälter und Pumpen zur Bereitstellung und Umverteilung von Prüfflüssigkeit

Hochbehälter und Pumpen müssen so beschaffen sein, dass eine Erwärmung der Flüssigkeit und eine Luftanreicherung weitgehend minimiert wird.

#### 4.6.2.4 Verbindungsleitungen zwischen Normal und Prüfling

Verbindungsleitungen sind so auszuführen, dass Flüssigkeitsrückstände vermieden und Benetzungsrückstände minimiert werden.

## 5 Umgebungsbedingungen

### 5.1 Kalibrierung von Normalmessbehältern mit $MPE_p < 0,1\%$

|   |                                |
|---|--------------------------------|
| Umgebungstemperaturbereich:   | $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ |
| maximale Drift der Umgebungstemperatur während der Messungen:   | $\pm 1\text{ °C}$              |
| zeitliche Veränderung der Raumtemperatur:   | $0,5\text{ °C/h}$              |
| maximale Abweichung zwischen der Temperatur der Prüfflüssigkeit im Prüfling oder im Normal und der Umgebungstemperatur: | $1,0\text{ °C}$                |
| Bereich der relativen Luftfeuchtigkeit:   | $50\% \pm 10\%$                |



## 5.2 Kalibrierung von Normalmessbehältern mit $MPE_P \geq 0,1 \%$

|  |                                  |
|--|----------------------------------|
| Umgebungstemperaturbereich:  | $20 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ |
| maximale Drift der Umgebungstemperatur während der Messungen:  | $\pm 2 \text{ °C}$               |
| zeitliche Veränderung der Raumtemperatur:  | $1,0 \text{ °C/h}$               |
| maximale Abweichung zwischen der Temperatur der Prüflüssigkeit im Prüfling oder im Normal und der Umgebungstemperatur: | $3 \text{ °C}$                   |
| Bereich der relativen Luftfeuchtigkeit:  | 50 % bis 70 %.                   |

## 5.3 Ort der Kalibrierung

- Normalmessbehälter mit  $MPE_P < 0,1 \%$  sind generell in einem Laborraum, der die Bedingungen nach Abschnitt 5.1 erfüllt, zu kalibrieren.
- Normalmessbehälter mit  $MPE_P \geq 0,1 \%$  dürfen bei Einhaltung der Bedingungen nach Abschnitt 5.2 sowohl in einem Laborraum, in einem betriebsmäßig genutzten Raum als auch im Freien geprüft werden.

# 6 Prüfung

## 6.1 Qualitative Prüfung

Der zu prüfende Normalmessbehälter ist auf Einhaltung der folgenden Kriterien zu prüfen:

- Sauberkeit
- Vollständigkeit (Sicherungsstellen, Skalen, Verdränger, ...)
- Funktionsfähigkeit
- Erfüllung der technischen Anforderungen nach PTB-Prüfregeln Band 26, Teil I.

Der Normalmessbehälter ist bei Referenztemperatur  $t_O \pm 10 \text{ °C}$ , jedoch nicht unter  $+2 \text{ °C}$ , mit Trinkwasser zu füllen und nach 20 Minuten auf augenscheinliche Dichtheit zu kontrollieren.

## 6.2 Messtechnische Prüfung / Kalibrierung

### 6.2.1 Vorbereitung

Es ist ein Messverfahren zur Normalvolumenbestimmung entsprechend der Messaufgabe nebst den dazu erforderlichen Protokollformularen auszuwählen und vorzubereiten sowie die Messbereitschaft herzustellen.

Soll das Normalvolumen eines „auf Ausguss ( $V_{OEX}$ )“ justierten Normalmessbehälters bestimmt werden, so ist der Behälter vor der Durchführung der Kalibrierung mit Prüflüssigkeit nach Abschnitt 4.3 zu benetzen, d. h., er ist vollständig zu befüllen und durch Öffnen des Ablassventils zügig zu entleeren. Nach Beendigung der Abtropfzeit von 30 s – soweit auf dem Kennzeichnungsschild keine andere Abtropfzeit festgelegt ist – ist das Ablassventil wieder zu schließen.

Soll die Kalibrierung eines „auf Einguss ( $V_{OIN}$ )“ justierten Normalmessbehälters erfolgen, so muss der Behälter trocken sein. Ist der Normalmessbehälter eine untere Füllmarke, so ist vor der Volumenbestimmung „auf Einguss ( $V_{OIN}$ )“ Prüflüssigkeit bis zu dieser Füllmarke aufzufüllen.

Wird das volumetrische Messverfahren ausgewählt, so soll ein Bezugsnorm mit einem Volumen verwendet werden, das möglichst dem Nennvolumen des Prüflings entspricht. Ist dies nicht möglich, soll das Volumen des Prüflings vorzugsweise ein ganzzahliges Vielfaches vom Volumen des Bezugsnormals ergeben.

Soll das gravimetrische Messverfahren angewendet werden, empfiehlt sich – soweit nicht Angaben aus einem vorhandenen Zertifikat vorliegen – bei der Nettomassebestimmung (Differenz aus Brutto- und Taramasse) die Bestimmung der Messabweichung der Waage an den benötigten Belastungspunkten voranzustellen.

Die Prüflüssigkeit Wasser ist in der erforderlichen Menge und Qualität bereitzuhalten. Vor Beginn der Kalibrierung ist die Einhaltung der Umgebungsbedingungen nach Abschnitt 5 zu kontrollieren.

## 6.2.2 Arbeitsschritte (Kalibrierung, Justierung, Bewertung)

### 6.2.2.1 Volumetrisches Messverfahren

Tabelle 6.2–1

|   | Arbeitsschritt  | Bemerkungen/Hinweise   |
|---|---|--|
| 0 | Vorbereitung der Kalibrierung   | gemäß Abschnitt 6.2.1  |
| 1 | Vollständiges Füllen des Prüflings mit Prüflüssigkeit zur Benetzung der Behälterinnenwand und anschließendes Entleeren unter Beachtung der Abtropfzeit<br><br>(Arbeitsschritt entfällt bei „auf Einguss“ justiertem Prüfling)                   | Prüflüssigkeit nach Abschnitt 4.3  |
| 2 | Füllen des ordnungsgemäß aufgestellten Normal mit Prüflüssigkeit bis zur Abgrenzungsstelle bzw. Sollfüllmarke   | Prüflüssigkeit nach Abschnitt 4.3; Ermitteln der Temperaturen von Prüfraum und Prüflüssigkeit im Normal; Lufteinschlüsse vermeiden   |
| 3 | Entleeren der Prüflüssigkeit aus dem Normal in den Prüfling   | Abtropfzeit beachten; Vermeiden von Verlusten; kurze Übergangswege von Normal zum Prüfling; Temperaturmessung im Prüfling (Betriebstemperatur)   |
| 4 | Normal nach erster Entleerung bei Bedarf erneut füllen und entleeren (bis Nennvolumen des Prüflings erreicht ist)   |  |
| 5 | Bestimmen des Volumens des Prüflings bei Betriebstemperatur aus dem Volumen des Normal bei Referenztemperatur durch Umrechnen in Volumen des Normal bei Betriebstemperatur (gleich Volumen der Prüflüssigkeit im Normal bei Betriebstemperatur) | Berücksichtigen systematischer Einflüsse bei:<br>– Normalmessbehälter mit $MPE_P < 0,1\%$ :<br>Temperatur von Normal, Prüfling und Prüflüssigkeit, Verdunstungsverluste<br>– Normalmessbehälter mit $MPE_P \geq 0,1\%$ :<br>Temperatur von Normal, Prüfling und Prüflüssigkeit |
| 6 | Umrechnen des Volumens des Prüflings bei Betriebstemperatur (gleich dem Volumen der Prüflüssigkeit im Prüfling) in Volumen des Prüflings bei Referenztemperatur und Markierung am Prüfling  |  |
| 7 | Einfüllen und/oder Entnehmen von Anteilen der Prüflüssigkeit zur Darstellung je einer möglichst im  | Unter Verwendung von kleinen Voll- oder Messpipetten, die ein Volumen der gewünschten  |

- Anfangs- und im Endbereich der Skale liegenden Füllmarke
- Skalenmarkierungspunkte besitzen
- 8 Kennzeichnung der  
– Füllmarke für das Nennvolumen  
– Füllmarke im Anfangsbereich der Skale  
– Füllmarke im Endbereich der Skale;  
weitere Skalenteilungsmarken können volumetrisch oder längenmesstechnisch festgelegt werden
- Beachten der Festlegungen bez. Skalen und Kennzeichnungsmarken gemäß PTB-Prüfregeln Band 26, Teil I
- (Arbeitsschritt entfällt bei erstmaliger Teilung der Skale bzw. erstmaligem Anbringen der Nennfüllmarke)
- 9 Ermitteln der Messabweichung für das Volumen des Prüflings bei Referenztemperatur gegenüber der (Skalen-)Anzeige am Prüfling
- (Arbeitsschritt entfällt bei erstmaliger Teilung der Skale bzw. erstmaligem Anbringen der Nennfüllmarke)
- 10 Bewerten auf Einhaltung vorgegebener Grenzwerte für die Messabweichung, ggf. Prüfling justieren
- (Arbeitsschritt entfällt bei erstmaliger Teilung der Skale bzw. erstmaligem Anbringen der Nennfüllmarke)

### 6.2.2.2 Gravimetrisches Messverfahren (Variante 1)

Tabelle 6.2–2

|   | Arbeitsschritt  | Bemerkungen/Hinweise  |
|---|---|---|
| 0 | Vorbereitung der Kalibrierung   | gemäß Abschnitt 6.2.1   |
| 1 | Füllen des ordnungsgemäß aufgestellten Prüflings mit Prüfflüssigkeit bis zur (vorgesehenen) Füllmarke     | Prüfflüssigkeit nach Abschnitt 4.3; Bestimmen der Temperaturen von Prüfraum und Prüfflüssigkeit im Bezugsnormale; Lufteinschlüsse vermeiden                                 |
| 2 | Bestimmen des Wägewertes des leeren Wägebehälters (Tarawert) mittels Feinwaage                            | ggf. Messabweichung der Waage berücksichtigen   |
| 3 | Entleeren der Prüfflüssigkeit aus dem Prüfling in den Wägebehälter  | Abtropfzeit beachten; Temperaturmessung im Prüfling (Betriebstemperatur)  |
| 4 | Bestimmen des Wägewertes des mit Prüfflüssigkeit gefüllten Wägebehälters (Bruttowert)                     | ggf. Messabweichung der Waage berücksichtigen   |
| 5 | Errechnen der Nettomasse für die Flüssigkeitsmenge im Wägebehälter aus den Wägewerten gemäß Punkt 2 und 4 | Luftauftrieb berücksichtigen; Umgebungstemperatur, Luftfeuchte, Luftdruck, Dichte der Prüfflüssigkeit und Dichte der Gewichtstücke (für konventionellen Wägewert) bestimmen |
|   | <i>Alternative a) zu Punkt 2 bis 5</i>  | <i>bei Verwendung von Komparatoren</i>  |

bei Anwendung eines Massekomparators:

Substitutionswägemethode anwenden

- |     |  |   |
|-----|--|---|
| 2a) | Massekomparator mit leeren Wägebehälter und Normalgewichten in Größe des zu erwartenden Wägewertes der aufzunehmenden Prüfflüssigkeitsmenge belasten und Komparatoranzeige erfassen oder auf Null setzen | Optionale „Nullsetzung“ des Komparators jeweils nur zu Beginn einer Wägeserie   |
| 3a) | Normalgewichte von Massekomparator entfernen; Entleeren der Prüfflüssigkeit aus dem Prüfling in den Wägebehälter; Komparatoranzeige erfassen   | Abtropfzeit beachten; Temperaturmessung im Prüfling (Betriebstemperatur)  |
| 4a) | Erfassen der Komparatoranzeige für den mit Prüfflüssigkeit gefüllten Wägebehälter  |   |
| 5a) | Errechnen der Nettomasse für die Flüssigkeitsmenge im Wägebehälter aus den Wägewerten gemäß Punkt 2a) und 4a) unter Berücksichtigung des konventionellen Wägewertes der Gewichtstücke                    | Luftauftrieb berücksichtigen; Umgebungstemperatur, Luftfeuchte, Luftdruck, Dichte der Prüfflüssigkeit und Dichte der Gewichtstücke (für konventionellen Wägewert) bestimmen   |
| 6   | Errechnen des Volumens des Prüflings bei Betriebstemperatur aus der Nettomasse gemäß Punkt 5 und der Dichte der Prüfflüssigkeit bei Betriebstemperatur   | Wasserdichte aus Tabellen entnehmen oder experimentelle Bestimmung für Betriebstemperatur   |
| 7   | Umrechnen des Volumens des Prüflings bei Betriebstemperatur (gleich dem Volumen der Prüfflüssigkeit im Prüfling) in Volumen des Prüflings bei Referenztemperatur und Markierung am Prüfling              | Berücksichtigen systematischer Einflüsse hinsichtlich Abweichungen bezüglich: <ul style="list-style-type: none"> <li>– Referenztemperatur für Prüfling</li> <li>– Temperatur des Prüflings und Temperatur der Prüfflüssigkeit (Temperaturschichtung)</li> </ul> |

Weitere Arbeitsschritte gemäß Abschnitt 6.2.2.1, Punkt 7 bis 10

### 6.2.2.3 Gravimetrisches Messverfahren (Variante 2)

Tabelle 6.2–3

|   | Arbeitsschritt   | Bemerkungen/Hinweise   |
|---|--|--|
| 0 | Vorbereitung der Kalibrierung  | gemäß Abschnitt 6.2.1  |
| 1 | Vollständiges Füllen des Prüflings mit Prüfflüssigkeit zur Benetzung der Behälterinnenwand und anschließendes Entleeren unter Beachtung der Abtropfzeit<br><br>(Arbeitsschritt entfällt bei „auf Einguss“ justiertem Prüfling) | Prüfflüssigkeit nach Abschnitt 4.3   |
| 2 | Bestimmen des Wägewertes des mit Prüfflüssigkeit gefüllten Wägebehälters (Bruttowert 1)  | ggf. Messabweichung der Waage berücksichtigen; Reserveflüssigkeit bereithalten |
| 3 | Einfüllen von Prüfflüssigkeit aus dem Wägebehälter in den Prüfling bis zur (vorgesehenen) Füllmarke  | Temperaturmessung im Prüfling (Betriebstemperatur)                             |

- |   |   |   |
|---|---|---|
| 4 | Bestimmen des Wägewertes des Wägebehälters mit der im Behälter verbliebenen Prüfflüssigkeit (Bruttowert 2)  | ggf. Messabweichung der Waage berücksichtigen   |
| 5 | Errechnen der Nettomasse für die in den Prüfling eingefüllte Flüssigkeitsmenge aus den Wägewerten gemäß Punkt 2 und 4   | Luftauftrieb berücksichtigen; Umgebungstemperatur, Luftfeuchte, Luftdruck, Dichte der Prüfflüssigkeit und Dichte der Gewichtstücke (für konventionellen Wägewert) bestimmen   |
| 6 | Errechnen des Volumen des Prüflings bei Betriebstemperatur aus der Nettomasse gemäß Punkt 5 und der Dichte der Prüfflüssigkeit bei Betriebstemperatur                                       | Wasserdichte aus Tabellen entnehmen oder experimentelle Bestimmung für Betriebstemperatur   |
| 7 | Umrechnen des Volumens des Prüflings bei Betriebstemperatur (gleich dem Volumen der Prüfflüssigkeit im Prüfling) in Volumen des Prüflings bei Referenztemperatur und Markierung am Prüfling | Berücksichtigen systematischer Einflüsse hinsichtlich Abweichungen bezüglich: <ul style="list-style-type: none"> <li>– Referenztemperatur für Prüfling</li> <li>– Temperatur des Prüflings und Temperatur der Prüfflüssigkeit (Temperaturschichtung)</li> </ul> |

Weitere Arbeitsschritte gemäß Abschnitt 6.2.2.1, Punkt 7 bis 10

### 6.3 Physikalische Zusammenhänge

#### 6.3.1 Volumen und Messabweichung des Prüflings nach dem volumetrischen Messverfahren

Die folgenden Gleichungen geben nur die grundlegenden physikalischen Zusammenhänge wieder. Die Berücksichtigung der jeweils zutreffenden Einflussgrößen muss individuell erfolgen. Gleichungen für die wesentlichen Einflussgrößen sind ab Abschnitt 6.4 zu finden. Erläuterungen zu den Einflussgrößen sind in der Tabelle zum Abschnitt 6.4.2.3 zusammengestellt.

Unter der Voraussetzung  $t_O \neq t_N$ ;  $t_O \neq t_P$  gelten folgende Zusammenhänge:

- für das Behältervolumen des Normals bei Betriebstemperatur:

$$V_N = V_{ON} [1 + \alpha_N (t_N - t_O)] \quad \text{mit} \quad V_N = V_{FN}$$

- für das Volumen der im Prüfling enthaltenen Flüssigkeit bei Betriebstemperatur:

$$V_{FP} = V_{FN} [1 + \alpha_F (t_P - t_N)]$$

- für das Volumen des Prüflings bei Referenztemperatur:

$$V_{OP} = V_P [1 + \alpha_P (t_P - t_O)]^{-1} \quad \text{mit} \quad V_P = V_{FP}$$

Die Korrektur der Messabweichung des Nennvolumens des Prüflings bei Referenztemperatur von seinem Nennwert berechnet sich zu:

$$\Delta V_{OP} = V_{OP} - V_{NomP}$$

Die Messabweichung ergibt sich durch Multiplikation mit (-1).

### 6.3.2 Volumen und Messabweichung des Prüflings nach dem gravimetrischen Messverfahren

Wird ein Prüfling mit Hilfe des gravimetrischen Messverfahren kalibriert, spielt bei der Auswahl des Messverfahrens die Genauigkeitsklasse des Prüflings eine entscheidende Rolle. Für Prüflinge mit Genauigkeitsklassen

$MPE_P \geq 0,1\%$  kann vorzugsweise das Prüfverfahren mit "einfacher Wägung" verwendet werden.

Prüflinge mit Genauigkeitsklassen  $MPE_P < 0,1\%$  oder Prüflinge die einer Kalibrierung unterzogen werden sollen, werden mit Hilfe der Substitutionswägemethode geprüft.

Die folgenden Gleichungen geben nur die grundlegenden physikalischen Zusammenhänge für gravimetrische Prüfverfahren wieder. Die Berücksichtigung der jeweils zutreffenden Einflussgrößen muss individuell erfolgen. Gleichungen für die wesentlichen Einflussgrößen sind ab Abschnitt 6.4 zu finden. Erläuterungen zu den Einflussgrößen sind in der Tabelle zum Abschnitt 6.4.2.3 zusammengestellt.

- für den Wägewert der Prüflüssigkeit bei einfacher Wägung:

$$W_F = W_1 - W_2$$

- für den Wägewert der Prüflüssigkeit bei Substitutionswägemethode:

$$W_F = W_{GF} + \Delta W_{GF} + \Delta W_{IND}$$

- für die Berücksichtigung des Luftauftriebs:

$$K_{LA} = \frac{\rho_F * (\rho_G - \rho_L)}{\rho_G * (\rho_F - \rho_L)}$$

- für die Umrechnung des Wägewertes in Masseinheiten:

$$m_F = W_F * K_{LA}$$

- für die Umrechnung in Volumeneinheiten:

$$V_{FW}(t_F) = m_F / \rho_F$$

- für das Volumen der im Prüfling enthaltenen Flüssigkeit bei Betriebstemperatur:

$$V_{FP} = V_{FN} [1 + \alpha_F (t_P - t_N)]$$

- für das Volumen des Prüflings bei Referenztemperatur:

$$V_{OP} = V_P [1 + \alpha_P (t_P - t_O)]^{-1} \quad \text{mit} \quad V_P = V_{FP}$$

Die Korrektur der Messabweichung des Nennvolumens des Prüflings bei Referenztemperatur von seinem Nennwert berechnet sich zu:

$$\Delta V_{OP} = V_{OP} - V_{NomP}$$

Die Messabweichung ergibt sich durch Multiplikation mit (-1).

### 6.3.3 Kontrolle, Festlegung und Justage von Skalen sowie deren Teilvolumina

Die Referenzbedingungen des Prüflings für den eine Skale festgelegt oder justiert werden soll gelten als eingehalten, wenn eine Temperaturspanne von 5 °C nicht überschritten wird. In die Berücksichtigung der Temperaturspanne wird die Temperatur des Normals, des Prüflings, der Prüflüssigkeit und der Umgebung einbezogen.

Kontrolle, Festlegung und Justage von Skalen sind Arbeitsabläufe die vor der Prüfung des zu behandelnden Prüflings erfolgen.

Das Teilvolumen zur Kontrolle oder Festlegung einer Skale entspricht üblicherweise dem zehnfachen seiner Genauigkeitsklasse.

Bsp.: Prüfling mit:

$$V_{NomP} = 20 \text{ Liter}, GK = 0,06\% \rightarrow \text{Teilvolumen}(\Delta V_{OSkale1}) = 20 * 0,06 * 10 = 120 \text{ ml}$$

Der Anzeigebereich einer Skale sollte dem zwölfwachen der Genauigkeitsklasse des zu behandelnden Prüflings entsprechen.

### 6.3.3.1 Kontrolle von Skalen

Die Kontrolle umfasst die Bewertung der Anzeige einer Skale gegenüber dem im Prüfling enthaltenen Volumen, entsprechend der angegebenen Genauigkeitsklasse des Prüflings.

Ist bei der Anzeige der Skale eine Überschreitung der Grenzwerte der Messabweichung festzustellen, sind am Prüfling weitere Maßnahmen erforderlich wie beispielsweise eine Justage der Skale um die festgestellte Abweichung unter Referenzbedingungen. Die Justage ist mit dem Anlegen einer Skale gleichzusetzen.

Zur Feststellung der Messabweichung gelten folgende Zusammenhänge:

- für das Nennvolumen des Prüflings bei Referenztemperatur:

$$V_{OP} + \Delta V_{OP} = V_{0SkaleP} = V_{NomP}$$

- für die Messabweichung der Skale in Volumeneinheiten:

$$V_{SkaleP} - V_{0SkaleP} = \Delta V_{SkaleP}$$

- für die Messabweichung der Skale in %:

$$\Delta V_{SkaleP} / \Delta V_{0SkaleP} * 100\% = \Delta V_{SkaleP} \%$$

Zur Vereinfachung der Kontrolle einer Skale darf das Füllvolumen im Prüfling an die Skalenmarke  $V_{0SkaleP}$  angeglichen werden, wenn die oben beschriebenen Referenzbedingungen eingehalten werden.

### 6.3.3.2 Anlegen einer Skale

Das Anlegen einer Skale erfolgt auf der Basis des Nennvolumens des zu behandelnden Prüflings.

Das Festlegen des „oberen“ und „unteren“ Teilvolumen erfolgt mit einem Volumen, das dem zehnfachen der Genauigkeitsklasse des zu behandelnden Prüflings entspricht.

Die Teilungswerte die zwischen den Grenzmarken liegen werden linear längenmesstechnisch aufgeteilt. Dabei können die anzubringenden Teilungsschritte als fortschreitendes Gesamtvolumen oder als Abweichung vom Nennvolumen in positiver und negativer Richtung gekennzeichnet werden. Die zu verwendenden Teilungswerte betragen  $1, 2, 5 * 10^n$ . Dabei ist „n“ eine ganze Zahl.

- für das Nennvolumen des Prüflings bei Referenztemperatur:

$$V_{OP} + \Delta V_{OP} = V_{0SkaleP} = V_{NomP}$$

- für das Teilvolumen des Anzeigebereiches der Skale:

$$V_{0SkaleP} + V_{0Skale1} \cdot V_{0SkaleP} - V_{0Skale1}$$

## 6.4 Berechnung der Messunsicherheit

### 6.4.1 Allgemeines

Grundlagen für die Messunsicherheitsbestimmung gemäß „Guide to the Expression of Uncertainty of Measurement“ (GUM) [2], [19] sind:

- ein Modell für die Auswertung, das den Zusammenhang aller beteiligten Größen abbildet und
- die quantitative Beschreibung der beteiligten Größen mit Hilfe von Wahrscheinlichkeitsverteilungen.

Das Modell für die Auswertung ist in seinem Kern eine Zusammenführung von Informationen und Erkenntnissen der bekannten Eingangs- und Einflußgrößen, die eine Wirkung auf die Ergebnisgröße ausüben.

Das Modell für die Auswertung stellt den mathematischen Zusammenhang zwischen der Ergebnisgröße  $Y$  und den beteiligten Eingangsgrößen her:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_n)$$

Eingangsgrößen  $X_1, X_2, \dots$  sind die Größen, die das Messergebnis und die beigeordnete Messunsicherheit beeinflussen.

Bei der Modellierung wird üblicherweise vom Ursache–Wirkung–Zusammenhang des Messprozesses ausgegangen. Grundlage sowohl der Modellierung als auch der quantitativen Beschreibung der Eingangsgrößen sind die über die Messung vorhandenen Kenntnisse.

Im Ergebnis der quantitativen Beschreibung der Eingangsgrößen wird jeder Größe ein Wertepaar, bestehend aus Erwartungswert und beigeordneter Standardunsicherheit zugeordnet:

$$X_i \Rightarrow x_i, u(x_i)$$

mit

- $x_i$  – Erwartungswert der Größe
- $u(x_i)$  – dem Erwartungswert  $x_i$  beigeordnete Standardmessunsicherheit.

Aus den o.a. Wertepaaren lässt sich dann, im Falle von einander unabhängiger Eingangsgrößen und vernachlässigbarer Nichtlinearitäten, der Erwartungswert der Messgröße  $y=f(x_1, x_2, \dots, x_n)$  berechnen. Die beizuordnende Messunsicherheit ergibt sich zu:

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 * u^2(x_i) + \dots}$$

mit

- $\frac{\partial f}{\partial x_i}$  – Empfindlichkeit des Modells auf Änderungen der Eingangsgröße  $X_i$   
(zu berechnen als erste partielle Ableitung der Modellgleichung  $f$  nach der betrachteten Größe  $X_i$ )

Die Berechnung des Erwartungswertes der Messgröße  $y$  und der beizuordnenden Messunsicherheit erfolgt nach klar vorgegebenen Regeln (GUM). Dafür existiert eine Vielzahl, z.T. auch zertifizierter Software, z.B. /22/.

Für die Beurteilung der Einhaltung von Grenzwertforderungen und Toleranzen ist die Angabe der erweiterten Messunsicherheit erforderlich. Diese wird solchermaßen aus der Standardunsicherheit berechnet, dass sie ein Werteintervall beschreibt, das den überwiegenden Teil der Werte (mindestens 95 %) enthält, die der Messgröße auf Grund der über die Messung vorhandenen Kenntnisse zugeordnet werden können.

Für Normalmessbehälter aus Metall nach dieser Prüffregel ist für das gesuchte Volumen, d. h. für die Messgröße die erweiterte Messunsicherheit so anzugeben, dass sie für den gesamten Bereich der Skale gleichermaßen gilt.

#### 6.4.2 Modellierung der Messungen

Um einer Ergebnisgröße die zutreffende erweiterte Messunsicherheit beizuordnen, ist es notwendig, gemäß den Ursache–Wirkung–Zusammenhängen nach den vorgegebenen Regeln (GUM) dieser Ergebnisgröße die entsprechenden Eingangsgrößen und Einflussfaktoren zuzuordnen und entsprechend der Kenntnisse für das jeweilige Prüfverfahren aufzuarbeiten. Unterschiedliche Prüfverfahren haben unterschiedliche Betrachtungen aller enthaltenen Elemente zur Folge.

Für die meisten Anwendungsfälle sind im Folgenden die Gleichungen angegeben, die dem entsprechenden Anwendungsfall zugeordnet werden müssen.



### 6.4.2.1 Volumetrisches Messverfahren

Die Ursache–Wirkung–Zusammenhänge für ein volumetrisches Messverfahren sind in den Bildern 1 bis 12 des Anhangs zu dieser Prüfregel dargestellt. Die nachfolgend zusammengestellten Gleichungen bilden die Basis für eine rechnergestützte Messunsicherheitsberechnung gemäß GUM /22/.

Berechnungsgleichungen für die Bestimmung der Korrektur der Messabweichung zwischen dem (justierten) Nennvolumen des Prüflings  $V_{\text{NomP}}$  und dem für die Referenztemperatur (ermittelten) Volumen  $V_{\text{OP}}$ , wenn ein mit Prüflüssigkeit gefülltes Normal entleert und diese Prüflüssigkeit in den Prüfling eingefüllt wird:

$$\begin{aligned} \Delta V_{\text{OP}} &= V_{\text{OP}} - V_{\text{NomP}} && \text{siehe auch Bild 5} \\ V_{\text{OP}} &= V_{\text{P}}(t_{\text{P}}) * [1 + (\alpha_{\text{OP}} + \delta\alpha_{\text{P}}) * (t_{\text{P}} - t_{\text{O}})]^{-1} && \text{siehe auch Bild 5} \\ V_{\text{P}}(t_{\text{P}}) &= V_{\text{FP}}(t_{\text{P}}) - \Delta V_{\text{INDP}} + \Delta V_{\text{SkaleP}} + \delta V_{\text{INDP}} && \text{siehe auch Bild 6} \\ V_{\text{FP}}(t_{\text{P}}) &= (V_{\text{FN}}(t_{\text{N}}) + \delta V_{\text{AbN}} + \delta V_{\text{LP}} + \delta V_{\text{Verl}}) * [1 + (\alpha_{\text{OF}} + \delta\alpha_{\text{F}}) * (t_{\text{P}} - t_{\text{N}})] && \text{siehe auch Bild 4} \\ V_{\text{FN}}(t_{\text{N}}) &= V_{\text{N}}(t_{\text{N}}) + \delta V_{\text{ZN}} + \delta V_{\text{LN}} && \text{siehe auch Bild 3} \\ V_{\text{N}}(t_{\text{N}}) &= V_{\text{ON}} * [1 + (\alpha_{\text{ON}} + \delta\alpha_{\text{N}}) * (t_{\text{N}} - t_{\text{O}})] && \text{siehe auch Bild 2} \\ V_{\text{ON}} &= V_{\text{NomN}} + \Delta V_{\text{ON}} && \text{siehe auch Bild 2} \\ t_{\text{N}} &= t_{\text{INDN}} - \delta t_{\text{INDN}} - \Delta t_{\text{INSTRN}} - \delta t_{\text{RN}} && \text{siehe auch Bild 2} \\ t_{\text{P}} &= t_{\text{INDP}} - \delta t_{\text{INDP}} - \Delta t_{\text{INSTRP}} - \delta t_{\text{RP}} && \text{siehe auch Bild 4} \end{aligned}$$

Entsprechende Berechnungsgleichungen für den Fall, wenn der mit Prüflüssigkeit gefüllte Prüfling entleert und diese Prüflüssigkeit in ein Normal eingefüllt wird:

$$\begin{aligned} \Delta V_{\text{OP}} &= V_{\text{OP}} - V_{\text{NomP}} && \text{siehe auch Bild 8} \\ V_{\text{OP}} &= V_{\text{P}}(t_{\text{P}}) * [1 + (\alpha_{\text{OP}} + \delta\alpha_{\text{P}}) * (t_{\text{P}} - t_{\text{O}})]^{-1} && \text{siehe auch Bild 8} \\ V_{\text{P}}(t_{\text{P}}) &= V_{\text{FP}}(t_{\text{P}}) - \delta V_{\text{ZP}} - \delta V_{\text{LP}} && \text{siehe auch Bild 9} \\ V_{\text{FP}}(t_{\text{P}}) &= V_{\text{FN}}(t_{\text{N}}) * [1 + (\alpha_{\text{OF}} + \delta\alpha_{\text{F}}) * (t_{\text{P}} - t_{\text{N}})] - \delta V_{\text{AbP}} - \delta V_{\text{LN}} - V_{\text{Verl}} && \text{siehe auch Bild 10} \\ V_{\text{FN}}(t_{\text{N}}) &= V_{\text{N}}(t_{\text{N}}) + \Delta V_{\text{INDN}} - \Delta V_{\text{SkaleN}} - \delta V_{\text{INDN}} && \text{siehe auch Bild 12} \\ V_{\text{N}}(t_{\text{N}}) &= V_{\text{ON}} * [1 + (\alpha_{\text{ON}} + \delta\alpha_{\text{N}}) * (t_{\text{N}} - t_{\text{O}})] && \text{siehe auch Bild 11} \\ V_{\text{ON}} &= V_{\text{NomN}} + \Delta V_{\text{ON}} && \text{siehe auch Bild 11} \\ t_{\text{P}} &= t_{\text{INDP}} - \delta t_{\text{INDP}} - \Delta t_{\text{INSTRP}} - \delta t_{\text{RP}} && \text{siehe auch Bild 8} \\ t_{\text{N}} &= t_{\text{INDN}} - \delta t_{\text{INDN}} - \Delta t_{\text{INSTRN}} - \delta t_{\text{RN}} && \text{siehe auch Bild 10} \end{aligned}$$

### 6.4.2.2 Gravimetrisches Messverfahren

Die Ursache–Wirkung–Zusammenhänge für ein gravimetrisches Messverfahren sind in den Bildern 13 bis 24 des Anhangs zu dieser Prüfregel dargestellt. Dabei wurde unterschieden, ob eine „einfache Wägung“ oder eine „Substitutionswägemethode“ zur Anwendung kommt.

Berechnungsgleichungen für die Bestimmung der Korrektur der Messabweichung zwischen dem (justierten) Nennvolumen des Prüflings  $V_{\text{NomP}}$  und dem für die Referenztemperatur (ermittelten) Volumens  $V_{\text{OP}}$ , wenn

ein gravimetrisch bestimmtes Prüflüssigkeitsvolumen aus einem Wägebehälter in den Prüfling eingefüllt wird (gravimetrisches Messverfahren, Variante 2, einfache Wägung):

|  |                    |
|--|--------------------|
| $\Delta V_{OP} = V_{OP} - V_{NomP}$  | siehe auch Bild 17 |
| $V_{OP} = V_P(t_P) * [1 + (\alpha_{OP} + \delta\alpha_P) * (t_P - t_O)]^{-1}$  | siehe auch Bild 17 |
| $V_P(t_P) = V_{FP}(t_P) - \Delta V_{INDP} + \Delta V_{SkaleP} + \delta V_{INDP}$   | siehe auch Bild 18 |
| $V_{FP}(t_P) = (V_{FW}(t_F) + \delta V_{LP} + \delta V_{Verl}) * [1 + (\alpha_{OF} + \delta\alpha_F) * (t_P - t_F)]$   | siehe auch Bild 16 |
| $V_{FW}(t_F) = m_F / \rho_F$ ( $\rho_F =$ Mess- oder Tabellenwert)   | siehe auch Bild 15 |
| $m_F = W_F * K_{LA}$   | siehe auch Bild 15 |
| $W_F = W_1 - W_2$  | siehe auch Bild 15 |
| $W_{1,2} = W_{IND1,2} - \Delta W_{CPL} - \delta W_E - \delta W_D - \delta W_P - \delta W_{IND}$  | siehe auch Bild 14 |
| $K_{LA} = \frac{(\rho_{OF} + \delta\rho_F) * [(\rho_{OG} + \delta\rho_G) - (\rho_{OL} + \delta\rho_L)]}{(\rho_{OG} + \delta\rho_G) * [(\rho_{OF} + \delta\rho_F) - (\rho_{OL} + \delta\rho_L)]}$ | siehe auch Bild 15 |
| $t_F = t_{INDN} - \delta t_{INDN} - \Delta t_{INSTRN} - \delta t_{RN}$   | siehe auch Bild 15 |
| $t_P = t_{INDP} - \delta t_{INDP} - \Delta t_{INSTRP} - \delta t_{RP}$   | siehe auch Bild 16 |

Für das gravimetrische Messverfahren, Variante 1 (ein im Prüfling abgegrenztes Volumen von Prüflüssigkeit wird zur gravimetrischen Volumenbestimmung in einen Wägebehälter eingefüllt) unter Zuhilfenahme der Substitutionswägemethode gelten folgende Berechnungsgleichungen für die Bestimmung der Messabweichung zwischen dem (justierten) Nennvolumens des Prüflings  $V_{NomP}$  und dem für die Referenztemperatur (ermittelten) Volumens  $V_{OP}$ :

|  |                    |
|--|--------------------|
| $\Delta V_{OP} = V_{OP} - V_{NomP}$  | siehe auch Bild 23 |
| $V_{OP} = V_P(t_P) * [1 + (\alpha_{OP} + \delta\alpha_P) * (t_P - t_O)]^{-1}$  | siehe auch Bild 23 |
| $V_P(t_P) = V_{FP}(t_P) - \Delta V_{INDP} + \Delta V_{SkaleP} + \delta V_{INDP}$   | siehe auch Bild 24 |
| $V_{FP}(t_P) = (V_{FW}(t_F) + \delta V_{LP} + \delta V_{Verl}) * [1 + (\alpha_{OF} + \delta\alpha_F) * (t_P - t_F)]$   | siehe auch Bild 22 |
| $V_{FW}(t_F) = m_F / \rho_F$ ( $\rho_F =$ Mess- oder Tabellenwert)   | siehe auch Bild 21 |
| $m_F = W_F * K_{LA}$   | siehe auch Bild 21 |
| $W_F = W_{GF} + \Delta W_{GF} + \Delta W_{IND}$  | siehe auch Bild 21 |
| $\Delta W_{IND} = W - W_G$   | siehe auch Bild 21 |
| $W = W_{IND1} - \delta W_{CPL} - \delta W_E - \delta W_P - \delta W_{IND}$   | siehe auch Bild 20 |
| $W_G = W_{IND2} - \Delta W_{GF} - \delta W_{GF} - \delta W_{CPL} - \delta W_E - \delta W_P - \delta W_{IND}$   | siehe auch Bild 20 |
| $K_{LA} = \frac{(\rho_{OF} + \delta\rho_F) * [(\rho_{OG} + \delta\rho_G) - (\rho_{OL} + \delta\rho_L)]}{(\rho_{OG} + \delta\rho_G) * [(\rho_{OF} + \delta\rho_F) - (\rho_{OL} + \delta\rho_L)]}$ | siehe auch Bild 21 |
| $t_F = t_{INDN} - \delta t_{INDN} - \Delta t_{INSTRN} - \delta t_{RN}$   | siehe auch Bild 21 |
| $t_P = t_{INDP} - \delta t_{INDP} - \Delta t_{INSTRP} - \delta t_{RP}$   | siehe auch Bild 22 |

#### 6.4.2.3 Bewertung von Messabweichungen und Einflüssen

Die folgende Tabelle zeigt eine Übersicht von in eine Kalibrierung von Normalmessbehältern einzubeziehende Messabweichungen und relevante Einflussfaktoren. Im Regelfall handelt es sich dabei um unbekannte Abweichungen, deren quantitative Werte nur auf der Grundlage vorhandener Kenntnisse über die verwendeten

Einrichtungen und den Messprozess sowie aus Daten von vorangegangenen Messungen geschätzt werden können. Häufig lassen sich aber untere und obere Grenzwerte ermitteln und daraus einen Unsicherheitsbeitrag ableiten.

Tabelle: 6.4

| Lfd. Nr. | Einflussgröße  | Quelle für die quantitative Einschätzung  | Ermittlungsmethode nach GUM | Verteilungsform | Berechnung des Standardmessunsicherheitsbeitrages |
|----------|--|---|-----------------------------|-----------------|---|
| 1        | $\Delta t_{\text{INSTRN}}$ ;<br>$\Delta t_{\text{INSTRP}}$ | Angaben der beigeordneten erweiterten Messunsicherheiten sowie der Erweiterungsfaktoren in den Kalibrierscheinen der Thermometer  | B                           | Normal          | $U/k$   |
| 2        | $\Delta V_{\text{ON}}$                                     | Angaben der erweiterten Messunsicherheit im Kalibrierschein für den Behälter  | B                           | Normal          | $U/k$   |
| 3        | $\Delta V_{\text{SkaleN}}$ ;<br>$\Delta V_{\text{SkaleP}}$ | Untere und obere Grenzwerte ( <i>UG</i> und <i>OG</i> ) abschätzen<br>oder<br>Angabe der erweiterten Messunsicherheit im Kalibrierschein  | B                           | Rechteck        | $\frac{OG-UG}{2\cdot\sqrt{3}}$                    |
|          |  |   | B                           | Normal          | $U/k$   |
| 4        | $\Delta W_{\text{CPL}}$                                    | Angabe der erweiterten Messunsicherheit im Kalibrierschein der Waage (einfache Wägung)<br>oder<br>Kenntnis der Eichfehlergrenzen <i>MPEV</i> aus der Eichordnung  | B                           | Normal          | $U/k$   |
|          |  |   | B                           | Trapez          | $0,5 \cdot MPEV^*$                                |
| 5        | $\Delta W_{\text{GF}}$                                     | Angabe der erweiterten Messunsicherheit aus dem Kalibrierschein der Gewichtstücke oder aus der OIML-Richtlinie R 111 bzw. EO-A 8 und die Verwendung der angegebenen konventionellen Wägewerte<br>Kenntnis der Eichfehlergrenzen <i>MPEV</i> aus der Eichordnung | B                           | Normal          | $U/k$   |
|          |  |   | B                           | Trapez          | $0,5 \cdot MPEV^*$                                |
| 6        | $\delta t_{\text{INDN}}$ ;<br>$\delta t_{\text{INDP}}$     | Skalenteilungswert der Analoganzeige<br>oder<br>Auflösung der Digitalanzeige  | B                           | Rechteck        | $\frac{1Skw}{4\cdot\sqrt{3}}$                     |
|          |  |   | B                           | Rechteck        | $\frac{1Digit}{2\cdot\sqrt{3}}$                   |
| 7        | $\delta t_{\text{RN}}$ ;<br>$\delta t_{\text{RP}}$         | untere und obere Grenzwerte ( <i>UG</i> und <i>OG</i> ) abschätzen  | B                           | Rechteck        | $\frac{OG-UG}{2\cdot\sqrt{3}}$                    |
|          |  |   |                             |                 |   |
| 8        | $\delta V_{\text{AbN}}$ ;<br>$\delta V_{\text{AbP}}$       | untere und obere Grenzwerte ( <i>UG</i> und <i>OG</i> ) abschätzen (Erfahrungswerte a. H. der beobachteten Änderung des Abtropfverhaltens)  | B                           | Rechteck        | $\frac{OG-UG}{2\cdot\sqrt{3}}$                    |
|          |  |   |                             |                 |   |

|    |  |   |   |          |                                    |
|----|--|---|---|----------|------------------------------------|
| 9  | $\delta V_{\text{INDN}}$ ;<br>$\delta V_{\text{INDP}}$ | Skaltenteilungswert der Analogan-<br>zeige  | B | Rechteck | $\frac{1Sktw}{4 \cdot \sqrt{3}}$   |
|    |  | oder<br>Auflösung der Digitalanzeige  | B | Rechteck | $\frac{1Digit}{2 \cdot \sqrt{3}}$  |
| 10 | $\delta V_{\text{LN}}$ ;<br>$\delta V_{\text{LP}}$     | untere und obere Grenzwerte ( <i>UG</i><br>und <i>OG</i> ) abschätzen (Erfahrungswerte<br>in Abhängigkeit von der<br>Flüssigkeitsart, Verfahren des<br>Einfüllens, Gestalt des Behälters) | B | Rechteck | $\frac{OG - UG}{2 \cdot \sqrt{3}}$ |
| 11 | $\delta V_{\text{Vert}}$                               | unteren und oberen Grenzwert<br>( <i>UG</i> und <i>OG</i> ) abschätzen<br>(Erfahrungswerte oder<br>Hilfsmessungen)  | B | Rechteck | $\frac{OG - UG}{2 \cdot \sqrt{3}}$ |
| 12 | $\delta V_{\text{ZN}}$ ;<br>$\delta V_{\text{ZP}}$     | untere und obere Grenzwerte ( <i>UG</i><br>und <i>OG</i> ) abschätzen (Erfahrungswerte<br>oder Hilfsmessungen mittels<br>Längenmessgeräten)   | B | Rechteck | $\frac{OG - UG}{2 \cdot \sqrt{3}}$ |
| 13 | $\delta W_{\text{CPL}}$                                | Angabe der erweiterten<br>Messunsicherheit im<br>Kalibrierschein des verwendeten<br>Komparators<br>(Substitutionswägemethode)   | B | Normal   | $U / k$                            |
| 14 | $\delta W_{\text{D}}$                                  | unteren und oberen Grenzwert<br>( <i>UG</i> und <i>OG</i> ) abschätzen<br>(Erfahrungswert oder<br>Herstellerangaben)  | B | Rechteck | $\frac{OG - UG}{2 \cdot \sqrt{3}}$ |
| 15 | $\delta W_{\text{E}}$                                  | unteren und oberen Grenzwert<br>( <i>UG</i> und <i>OG</i> ) abschätzen<br>(Erfahrungswert oder<br>Herstellerangaben)  | B | Rechteck | $\frac{OG - UG}{2 \cdot \sqrt{3}}$ |
| 16 | $\delta W_{\text{IND}}$                                | Auflösung <i>d</i> der Waage  | B | Rechteck | $\frac{d}{2 \cdot \sqrt{3}}$       |
| 17 | $\delta W_{\text{P}}$                                  | unteren und oberen Grenzwert<br>( <i>UG</i> und <i>OG</i> ) abschätzen (Er-<br>fahrungswerte oder Angaben in<br>der Norm EN 45501)  | B | Rechteck | $\frac{OG - UG}{2 \cdot \sqrt{3}}$ |
| 18 | $\delta a_{\text{F}}$                                  | unteren und oberen Grenzwert<br>( <i>UG</i> und <i>OG</i> ) abschätzen  | B | Rechteck | $\frac{OG - UG}{2 \cdot \sqrt{3}}$ |
|    |  | oder<br>gemäß Wertigkeit eines Schrittes<br>der letzten signifikanten Stelle <i>LSS</i><br>eines Tabellenwertes bewerten  | B | Rechteck | $\frac{LSS}{2 \cdot \sqrt{3}}$     |
| 19 | $\delta a_{\text{N}}$                                  | unteren und oberen Grenzwert<br>( <i>UG</i> und <i>OG</i> ) abschätzen  | B | Rechteck | $\frac{OG - UG}{2 \cdot \sqrt{3}}$ |
|    |  | oder<br>gemäß Wertigkeit eines Schrittes<br>der letzten signifikanten Stelle <i>LSS</i><br>eines Tabellenwertes bewerten  | B | Rechteck | $\frac{LSS}{2 \cdot \sqrt{3}}$     |

|    |                 |  |   |          |                                  |
|----|-----------------|--|---|----------|----------------------------------|
| 20 | $\delta a_p$    | unteren und oberen Grenzwert (UG und OG) abschätzen<br>oder<br>gemäß Wertigkeit eines Schrittes der letzten signifikanten Stelle LSS eines Tabellenwertes bewerten | B | Rechteck | $\frac{OG-UG}{2 \cdot \sqrt{3}}$ |
|    |                 |  | B | Rechteck | $\frac{LSS}{2 \cdot \sqrt{3}}$   |
| 21 | $\delta \rho_F$ | unteren und oberen Grenzwert (UG und OG) abschätzen<br>oder<br>gemäß Wertigkeit eines Schrittes der letzten signifikanten Stelle LSS eines Tabellenwertes bewerten | B | Rechteck | $\frac{OG-UG}{2 \cdot \sqrt{3}}$ |
|    |                 |  | B | Rechteck | $\frac{LSS}{2 \cdot \sqrt{3}}$   |
| 22 | $\delta \rho_L$ | unteren und oberen Grenzwert (UG und OG) abschätzen<br>oder<br>gemäß Wertigkeit eines Schrittes der letzten signifikanten Stelle LSS eines Tabellenwertes bewerten | B | Rechteck | $\frac{OG-UG}{2 \cdot \sqrt{3}}$ |
|    |                 |  | B | Rechteck | $\frac{LSS}{2 \cdot \sqrt{3}}$   |
| 23 | $\delta \rho_G$ | Kenntnis der Grenzwerte der Messabweichung (Fehlergrenzen) MPE aus der OIML-Richtlinie R 111 bzw. EO-A 8   | B | Trapez   | $0,7 \cdot MPE^*$                |

\* siehe Quellenverzeichnis /25/

Die Aufzählung in der Tabelle ist nicht abschließend. Je nach Prüfverfahren, Prüfbedingungen und Umgebungsbedingungen können noch weitere Einflüsse an Bedeutung gewinnen. Sie sind dann in das Auswertemodell entsprechend mit einzubeziehen.

## 7 Berichtigungsarbeiten

Werden bei der messtechnischen Prüfung Messabweichungen festgestellt, die zulässige Grenzwerte überschreiten, so braucht nach einer Justierung von Skalen oder Füllmarken die Bestimmung des Normalvolumens für den Prüfling nicht wiederholt zu werden. Jedoch nach einer Justierung des Normalvolumens durch Veränderung des Behältervolumens ist die vollständige messtechnische Prüfung zu wiederholen.

## 8 Konformitätsbewertung

Der Normalmessbehälter ist für die Verwendung geeignet, wenn er die technischen Anforderungen nach PTB-Prüfregeln Band 26, Teil I /1/ und die messtechnischen Forderungen dieser Prüfregel einhält. Die ihn betreffenden messtechnischen Forderungen gelten ohne Einschränkungen für sein Normalvolumen als eingehalten, wenn

- wenn der per Kalibrierung (siehe Abschnitt 6.3) bestimmte Betrag des (Erwartungs-) Wertes der Messabweichung die vorgegebenen Fehlergrenzen nicht übersteigt, und
- die erweiterte Messunsicherheit  $U$  für  $k=2$ , die dem Ergebnis der Kalibrierung des Normalmessbehälters beigeordnet wurde, folgende Bedingung erfüllt

$$U \leq 1/3 \cdot MPE_p$$

## 9 Kennzeichnung und Bescheinigung

### 10 Kennzeichnung

Soweit am vorgestellten Normalmessbehälter keine oder nur eine unvollständige Kennzeichnung und Beschriftung vorhanden ist, muss diese entsprechend PTB-Prüfregeln Band 26, Teil I /1/ vorgenommen bzw. ergänzt werden. Soweit zutreffend sind darüber hinausgehende Festlegungen zur Kennzeichnung zu beachten.

Justiereinrichtungen zur Veränderung des Normalvolumens und sonstige Stellen, die eine unkontrollierbare Veränderung des Normalvolumens ermöglichen, sind gemäß PTB-Prüfregeln Band 26, Teil I durch Sicherungsstempel gegen unbefugten Eingriff zu sichern. Alle zur Anwendung kommenden Stempel müssen Anforderungen an ihre mechanische Dauerhaftigkeit unter normalen Anwendungsbedingungen des Normalmessbehälters genügen.

### 11 Bescheinigung

Nach erfolgreich durchgeführter qualitativer und messtechnischer Prüfung sind die Ergebnisse zu bescheinigen. Prüf- oder Kalibrierscheine müssen die Anforderungen der Norm DIN EN ISO/IEC 17025 /23/ erfüllen und die in dieser Norm geforderten Angaben enthalten.

Wird ein Normalmessbehälter für Prüfaufgaben im gesetzlichen Messwesen verwendet, so sind Prüf- bzw. Kalibrierscheine gemäß „Leitfaden für die Erstellung von Bescheinigungen“ /12/ auszufertigen. Inhaltlich müssen diese Zertifikate außer den kennzeichnenden Angaben zum Normalmessbehälter entsprechend PTB-Prüfregeln Band 26, Teil I und den rückverfolgbaren Angaben zur Prüfung mindestens folgende Angaben enthalten:

- Prüfergebnis mit Angabe der erweiterten Messunsicherheit ( $k = 2$ ) für das Normalvolumen bei Referenztemperatur,
- angewendetes Prüfverfahren,
- verwendete Normale (bei Bedarf),
- Anordnung von aufgebrauchten Sicherungsstempeln,
- Gültigkeitsdauer der Prüfung (nur bei Prüfschein),
- Aussage, dass der Normalmessbehälter Grenzwertforderungen für Messabweichung und Messunsicherheit einhält und damit für einen bestimmten Verwendungszweck geeignet ist (nur bei Prüfschein),
- Erklärung, dass die verwendeten Normale messtechnisch auf die nationalen Normale rückgeführt sind.

Bei Bezugsnormen muss die Messabweichung auf dem Prüfschein angegeben werden. Bei Gebrauchsnormen kann auf die Angabe der Messabweichung verzichtet werden, wenn bei der Anwendung des Normalmessbehälters keine Korrekturen vorgenommen werden.

Zusätzlich ist auf dem Kennzeichnungsschild am Normalmessbehälter gemäß Verwaltungsvorschrift „Gesetzliches Messwesen – Allgemeine Regelungen“ /11/ der Hauptstempel bestehend aus Prüfzeichen und den zwei letzten Ziffern der Jahreszahl des Jahres, in dem die Prüfung vorgenommen wurde, aufzubringen.

## 12 Quellenverzeichnis

- / 1/ PTB-Prüfregeln Band 26: Normalmessbehälter aus Metall zur statischen Bestimmung von Flüssigkeitsvolumen, Teil I: Technische Anforderungen, 1998, Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig und Berlin, ISSN 0341-7964
- / 2/ DIN V ENV 13005: Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, Juni 1999, ICS 17.020, Beuth Verlag GmbH, Berlin
- / 3/ Gesetz über das Mess- und Eichwesen (Eichgesetz) in der Neufassung vom 23. März 1992 (BGBl. I S. 711), zuletzt geändert durch Gesetz vom 13. Dezember 2001 (BGBl. I S. 3586)
- / 4/ Eichordnung (EO) – Allgemeine Vorschriften vom 12. August 1988 (BGBl. I S. 1657), zuletzt geändert durch Gesetz vom 13. Dezember 2001 (BGBl. I S. 3586)
- / 5/ Volumenmessgeräte für Flüssigkeiten in ruhendem Zustand, Anlage 4 zur Eichordnung /4/
- / 6/ Messgeräte für strömende Flüssigkeiten außer Wasser, Anlage 5 zur Eichordnung /4/
- / 7/ Richtlinie des Rates vom 26. Juli 1971 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedsstaaten über Zähler für Flüssigkeiten (außer Wasser), 71/319/EWG (Abl. EG Nr. L 202 S. 32)
- / 8/ Richtlinie des Rates vom 12. Oktober 1971 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedsstaaten über Zusatzeinrichtungen zu Volumenzählern für Flüssigkeiten (außer Wasser), 71/348/EWG (Abl. EG Nr. L 239 S. 9)
- / 9/ Richtlinie des Rates vom 5. April 1977 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedsstaaten über Messanlagen für Flüssigkeiten außer Wasser, 77/313/EWG (Abl. EG Nr. L 105 S. 18), geändert durch Richtlinie vom 1. Juli 1982, 82/625/EWG (Abl. EG Nr. L 252 S. 10)
- /10/ Richtlinie für die Eichung und Prüfung von Messgeräten für strömende Flüssigkeiten außer Wasser – Eichenweisung Nr. 5 (EA 5), Version 1b, September 1997, Rechtssammlung der deutschen Eichbehörden bei der Deutschen Akademie für Metrologie, München
- /11/ Verwaltungsvorschrift: Gesetzliches Messwesen – Allgemeine Regelungen (GM – AR) vom 10. April 2002 (Banz. Nr. 108a vom 15. Juni 2002)
- /12/ Leitfaden für die Erstellung von Bescheinigungen vom 28. Dezember 2000, Rechtssammlung der deutschen Eichbehörden bei der Deutschen Akademie für Metrologie, München
- /13/ PTB-Anforderungen Nr. 5 (PTB-A 5): Messanlagen für Flüssigkeiten außer Wasser, Dezember 2001, Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig und Berlin
- /14/ Internationale Richtlinie der OIML 111 (OIML R 111): Weights of accuracy classes E1, E2, F1, F2, M1, M2, M3, Part 1: Metrological und Technical Requirements, 2. Committee Draft, Februar 2000, OIML/TC9/SC3
- /15/ DIN 19217: Messanlagen für Flüssigkeiten außer Wasser – Definitionen, Anforderungen und Prüfung, November 1998; deutsche Übersetzung der OIML R 117, 1995 „Measuring systems for liquids other than water“, ICS 01.040.17; 17.120.01, Beuth Verlag GmbH, Berlin
- /16/ DIN EN ISO 8316: Durchflussmessung von Flüssigkeiten in geschlossenen Leitungen – Verfahren der Volumenbestimmung mit einem Messbehälter, November 1995, ICS 17.120.10, Beuth Verlag GmbH, Berlin

- /17/ DIN EN 24185: Durchflussmessung von Flüssigkeiten in geschlossenen Leitungen – Wägeverfahren, August 1993, ICS 17.120.10, Beuth Verlag GmbH, Berlin
- /18/ DIN ISO 9368-1: Durchflussmessung von Flüssigkeiten in geschlossenen Leitungen nach dem Wägeverfahren – Verfahren zum Prüfen der Messeinrichtungen, Ruhende Wägesysteme, Mai 1993, ICS 17.120.10, Beuth Verlag GmbH, Berlin
- /19/ EA-4/02: Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration, Dezember 1999, European co-operation for Accreditation
- /20/ PTB-Prüfregeln Band 21: Volumenmessgeräte für Laboratoriumszwecke, 1992, Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig und Berlin, ISSN 0341-7964
- /21/ H. Bettin und F. Spieweck: Die Dichte des Wassers als Funktion der Temperatur nach Einführung der Internationalen Temperaturskala von 1990, PTB-Mitteilungen 100, 3/90, S. 195
- /22/ Rüdiger Kessel: Software zur Berechnung der Messunsicherheit von Messergebnissen nach dem Variationsverfahren, Leintor 11, 31028 Gronau
- /23/ DIN EN ISO/IEC 17025: Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien, April 2000, ICS 03.120.20, 19.20, Beuth Verlag GmbH, Berlin
- /24/ Leitfaden für die Volumenbestimmung bei Referenzmessprozeduren in medizinischen Referenzlaboratorien, Teil 1: Kalibrierflüssigkeit Wasser, März 2002, DKD-Fachausschuss „Medizinische Messgrößen“ bei der Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig und Berlin
- /25/ Sommer, K.-D.: Eichen und Kalibrieren: Gleiche metrologische Basis, verschiedene Strategien, vergleichbare Ergebnisse. PTB – Mitteilungen 111 (2001) H. 4, S. 311 – 322 (ISSN 0030 – 834X)



## **Anhänge**

### **Anhang 1    Prüfprotokolle**

Protokollvorlage 1.1 – Prüfprotokoll für die volumetrische Prüfung von Normalmessbehältern

Protokollvorlage 1.2 – Prüfprotokoll für die gravimetrische Prüfung von Normalmessbehältern

### **Anhang 2    Dichtetabellen**

Tabelle 2.1 – Dichte von luftfreiem Wasser /21/

Tabelle 2.2 – Dichte von trockener/feuchter Luft /24/

### **Anhang 3    Modellbeispiele für Messunsicherheitsberechnungen**

Volumetrisches Prüfverfahren

Gravimetrisches Prüfverfahren

## Anhang 1 Prüfprotokolle

## Protokollvorlage 1.1:

| Prüfprotokoll für die volumetrische Prüfung von Normalmessbehältern |                        |  |   |              |            |
|---|------------------------|--|---|--------------|------------|
|   |                        |  |   | Prüfer:      | Mustermann |
| 1. Prüfling:  |                        |  |   | Datum:       | 2002-02-02 |
| Nennvolumen bei Referenztemperatur:                                 |                        | ml   | Bezeichnung:                                |              |            |
| Antragsteller:  | Firma                  |  |   |              |            |
| Nr. des Prüflings:  | 999                    |  |   |              |            |
| Verwendung:   | Gebr.-Normal           |  | Nutzung:                                    | Einguss:     |            |
|   |                        |  |   | Ausguss:     |            |
| Bauart:   | Pipette                |  | Material/Ausdehnungskoeffizient (1/°C)      | Edelstahl    |            |
|   | Kolben                 |  |   | Messing      |            |
|   |                        |  |   | Kupfer       |            |
|   |                        |  |   |              |            |
| Aufstellungsart:  | stationär              |  | Referenztemperatur (°C)                     | 10           |            |
|   | mobil                  |  |   | 15           |            |
|   | mobil mit Rahmen verb. |  |   | 20           |            |
|   |                        |  |   | sonst.       |            |
| Abtropfzeit (Sekunden):   |                        |  | Genauigkeitsklasse; maximale Messabweichung | 0,1          |            |
|   |                        |  |   | 0,02         |            |
| Messgut bei Prüfung:  | Wasser                 |  |   | 0,03         |            |
|   | Milch                  |  |   | 0,06         |            |
|   | Lebensmittel           |  |   | 0,16         |            |
|   |                        |  |   | 0,2          |            |
|   |                        |  |   | sonst. Wert  |            |
| Messgut bei Verwendung  | dünnflüssige           |  | Messgutviskosität (mPa s)                   |              |            |
|   | Mineralöle             |  |   | ≤ 10         |            |
|   | Schmieröle             |  |   | < 20         |            |
|   | sonst. Flüssigk.       |  |   | > 20         |            |
| letzte Prüfung:   |                        | Zertifikatnummer:                                  |   |              |            |
| Kennzeichnung:  |                        | Schild   |   |              |            |
| aufgebrachte Sicherungen:   | 1.                     | Skale  |   |              |            |
|   | 2.                     |  |   |              |            |
| 2. Verwendet Normale/Hilfsmessgeräte:                               |                        |  |   |              |            |
| übergeordnetes Normal:  | Pipette Glas           |  | Referenztemperatur (°C):                    | 10           |            |
|   | Pipette Metall         |  |   | 15           |            |
|   | sonstiges              |  |   | 20           |            |
|   |                        |  |   | sonst. Temp. |            |
| Nummer:   |                        | Messabw. (ml):                                     |   |              |            |
| letzte Prüfung:   |                        | Standarduns. (ml):                                 |   |              |            |
| Prüfschein Nr.:   |                        | Prüfflüssigkeit:                                   |   |              |            |
| Volumen Normal (ml):  |                        | Abtropfzeit (s):                                   |   |              |            |
| Genauigkeitsklasse:   |                        | Bemerkungen:                                       |   |              |            |
| Volumenausdehnungskoeffizient des Normals (1/°C):                   |                        | Ausdehnungskoeffizient der Prüfflüssigkeit (1/°C): |   |              |            |

## Protokollvorlage 1.1 (Fortsetzung):

| Prüfprotokoll für die volumetrische Prüfung von Normalmessbehältern  |                              |           |         |        |   |  |            |
|--|------------------------------|-----------|---------|--------|---|--|------------|
|  |                              |           |         |        |   | Prüfer:  | Mustermann |
| Nummer des Prüflings:  |                              | 999       |         | Datum: |   | 2002-02-02   |            |
| <b>3. Auswertung: Volumen</b>  |                              |           |         |        |   |  |            |
| Einflußgrößen  | Einheit                      | Messungen |         |        |   |  | Mittelw.   |
|  |                              | 1         | 2       | 3      | 4 | 5  |            |
| Volumen des Normal<br>bei Referenztemperatur<br>( $V_{ON}$ )   | ml                           |           |         |        |   |  |            |
| Temperatur-Volumen-<br>ausdehnungskoeffizient<br>des Normal ( $\alpha_N$ )   | 1/°C                         |           |         |        |   |  |            |
| Referenztemperatur<br>Normal ( $t_0$ )   | °C                           |           |         |        |   |  |            |
| Flüssigkeitstemperatur<br>im Normal ( $t_N$ )  | °C                           |           |         |        |   |  |            |
| Temperatur-Volumen-<br>ausdehnungskoeffizient<br>der Prüfliquidität ( $\alpha_F$ )   | 1/°C                         |           |         |        |   |  |            |
| Flüssigkeitstemperatur<br>im Prüfling ( $t_P$ )  | °C                           |           |         |        |   |  |            |
| Temperatur-Volumen-<br>ausdehnungskoeffizient<br>des Prüflings ( $\alpha_P$ )  | 1/°C                         |           |         |        |   |  |            |
| Referenztemperatur<br>Prüfling ( $t_0$ )   | °C                           |           |         |        |   |  |            |
| berechnetes Volumen<br>des Prüflings bei<br>Referenztemperatur<br>( $V_{OP}$ )   | l                            |           |         |        |   |  |            |
| <b>Absolutwert der<br/>Messabweichung des<br/>Nennvolumens des<br/>Prüflings bei Referenz-<br/>temperatur (<math>\Delta V_{OP}</math>)</b> |                              |           | ml bzw. |        | % | <b>Grenz-<br/>werte der<br/>Messab-<br/>weichung<br/>in %:</b> |            |
| <b>Skalenkorrektur:</b>  | erforderlich                 | ja/nein   |         |        |   |  |            |
|  | erfolgt um ..... mm          |           |         |        |   |  |            |
|  | verbleibende Messabweichung: |           |         |        |   |  |            |
|  | ..... ml                     |           |         |        |   |  |            |

## Protokollvorlage 1.2:

| Prüfprotokoll für die gravimetrische Prüfung von Normalmessbehältern                                     |  |                        |  |                          |             |  |
|--|--|------------------------|--|--------------------------|-------------|--|
|  |  |                        | Prüfer:  |                          | Mustermann  |  |
| <b>1. Prüfling:</b>  |  |                        | Datum:   |                          | 2002-02-02  |  |
| <b>Nennvolumen bei Referenztemperatur:</b>   |  | ml                     | <b>Bezeichnung:</b>                                |                          |             |  |
| Antragsteller:   |  | Firma                  |  |                          |             |  |
| Nr. des Prüflings:   |  | 999                    |  |                          |             |  |
| <b>Verwendung:</b>   |  | Gebr.-Normal           | <b>Nutzung:</b>                                    |                          | Einguss:    |  |
|  |  |                        |  |                          | Ausguss:    |  |
| <b>Bauart:</b>   |  | Pipette                | <b>Material/Ausdehnungskoeffizient (1/°C)</b>      |                          | Edelstahl   |  |
|  |  | Kolben                 |  |                          | Messing     |  |
|  |  |                        |  |                          | Kupfer      |  |
|  |  |                        |  |                          |             |  |
| <b>Aufstellungsart:</b>  |  | stationär              | <b>Referenztemperatur (°C)</b>                     |                          | 10          |  |
|  |  | mobil                  |  |                          | 15          |  |
|  |  | mobil mit Rahmen verb. |  |                          | 20          |  |
|  |  |                        |  |                          | sonst.      |  |
| <b>Abtropfzeit (Sekunden):</b>   |  |                        | <b>Genauigkeitsklasse; maximale Messabweichung</b> |                          | 0,1         |  |
|  |  |                        |  |                          | 0,02        |  |
| <b>Messgut bei Prüfung:</b>  |  | Wasser                 |  |                          | 0,03        |  |
|  |  | Milch                  |  |                          | 0,06        |  |
|  |  | Lebensmittel           |  |                          | 0,16        |  |
|  |  |                        |  |                          | 0,2         |  |
|  |  |                        |  |                          | sonst. Wert |  |
| <b>Messgut bei Verwendung</b>  |  | dünnflüssige           | <b>Messgutviskosität (mPa s)</b>                   |                          |             |  |
|  |  | Mineralöle             |  |                          | ≤ 10        |  |
|  |  | Schmieröle             |  |                          | < 20        |  |
|  |  | sonst. Flüssigk.       |  |                          | > 20        |  |
| <b>letzte Prüfung:</b>   |  |                        |  | <b>Zertifikatnummer:</b> |             |  |
| Kennzeichnung:   |  | Schild                 |  |                          |             |  |
| aufgebrachte Sicherungen:  |  | 1.                     | Skale  |                          |             |  |
|  |  | 2.                     |  |                          |             |  |
| <b>2. Verwendete Normale/Hilfsmessgeräte:</b>  |  |                        |  |                          |             |  |
| Typ:   |  |                        |  |                          |             |  |
| Nummer:  |  |                        |  |                          |             |  |
| letzte Prüfung:  |  |                        |  |                          |             |  |
| Prüfschein Nr.:  |  |                        |  |                          |             |  |
| Höchstlast:  |  |                        | kg   |                          |             |  |
| Zifferschritt/Skalenwert:  |  |                        | mg   |                          |             |  |
| Eichwert:  |  |                        |  |                          |             |  |
| Standardunsicherheit:  |  |                        | kg   |                          |             |  |
| Eichfehlergrenzen:   |  |                        |  |                          |             |  |
| Gewichtstücke FG-Klasse:   |  |                        |  |                          |             |  |
| Dichte der verw. Gewichtstücke $\rho_G$ :  |  |                        | kg/m <sup>3</sup>                                  |                          |             |  |
| Korrigierte Summe aller verwendeter Gewichtstücke, die dem Nennwert des Prüflings entsprechen $W_{GN}$ : |  |                        |  |                          | kg          |  |

## Protokollvorlage 1.2 (Fortsetzung):

| Prüfprotokoll für die gravimetrische Prüfung von Normalmessbehältern   |                              |           |          |        |         |            |  |
|--|------------------------------|-----------|----------|--------|---------|------------|--|
|  |                              |           |          |        | Prüfer: | Mustermann |  |
| Nummer des Prüflings:  |                              | 999       |          | Datum: |         | 2002-02-02 |  |
| <b>3. Auswertung: Volumen</b>  |                              |           |          |        |         |            |  |
| Einflußgrößen  | Einheit                      | Messungen |          |        |         |            | Mittelw.                                   |
|  |                              | 1         | 2        | 3      | 4       | 5          |  |
| Wägewert der Normalgewichte $W_{GN}$   | kg                           |           |          |        |         |            |  |
| Dichte des Werkstoffes der verwendeten Gewichtstücke $\rho_G$  | kg/m <sup>3</sup>            |           |          |        |         |            |  |
| Dichte des Wassers $\rho_W$  | kg/m <sup>3</sup>            |           |          |        |         |            |  |
| Flüssigkeitstemperatur im Prüfling $t_p$   | °C                           |           |          |        |         |            |  |
| Temperatur-Volumenausdehnungskoeffizient des Prüflings $\alpha_p$  | 1/°C                         |           |          |        |         |            |  |
| Luftdruck $p_L$  | mbar                         |           |          |        |         |            |  |
| relative Luftfeuchte $h$   | %                            |           |          |        |         |            |  |
| Raumtemperatur $t$   | °C                           |           |          |        |         |            |  |
| berechneter Dichtewert der Luft $\rho_L$   | kg/m <sup>3</sup>            |           |          |        |         |            |  |
| Referenztemperatur Prüfling $t_{OP}$   | °C                           |           |          |        |         |            |  |
| berechnetes Volumen des Prüflings bei Referenztemperatur $V_{OP}$  | l                            |           |          |        |         |            |  |
| <b>Absolutwert der Messabweichung des Nennvolumens des Prüflings bei Referenztemperatur (<math>\Delta V_{OP}</math>)</b> |                              |           | ml bzw.  |        | %       |            | <b>Grenzwerte der Messabweichung in %:</b> |
| <b>Skalenkorrektur:</b>  | erforderlich                 | ja/nein   |          |        |         |            |  |
|  | erfolgt um ..... mm          |           |          |        |         |            |  |
|  | verbleibende Messabweichung: |           |          |        |         |            |  |
|  |                              |           | ..... ml |        |         |            |  |

Anhang 2 Dichtetabellen

Tabelle 2.1:

Dichte von luftfreiem Wasser  
(Tabelle aus PTB-Mitteilungen 100, 3/90 /21/)

Dichte von luftfreiem Wasser bei 101325 Pa als Funktion der Celsius-temperatur (ITS 90) \*)

| t<br>°C | Dichte $\rho$ in kg m <sup>-3</sup> |          |          |          |          |          |          |          |          |          | Mittelwert<br>$\Delta\rho / \Delta t$ | $\Delta\rho$<br>luftgesätt.<br>-<br>luftfrei |
|---------|-------------------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------------------------------------|--|
|         | 0,0                                 | 0,1      | 0,2      | 0,3      | 0,4      | 0,5      | 0,6      | 0,7      | 0,8      | 0,9      | kg m <sup>-3</sup> K <sup>-1</sup>    | kg m <sup>-3</sup>                           |
| 0       | 999,8396                            | 999,8463 | 999,8528 | 999,8591 | 999,8653 | 999,8713 | 999,8771 | 999,8827 | 999,8882 | 999,8935 | 0,059                                 | -0,004                                       |
| 1       | 999,8986                            | 999,9035 | 999,9082 | 999,9128 | 999,9172 | 999,9214 | 999,9254 | 999,9293 | 999,9330 | 999,9365 | 0,041                                 | -0,004                                       |
| 2       | 999,9399                            | 999,9431 | 999,9461 | 999,9490 | 999,9516 | 999,9542 | 999,9565 | 999,9587 | 999,9607 | 999,9625 | 0,024                                 | -0,004                                       |
| 3       | 999,9642                            | 999,9657 | 999,9671 | 999,9682 | 999,9693 | 999,9701 | 999,9708 | 999,9713 | 999,9717 | 999,9719 | 0,008                                 | -0,004                                       |
| 4       | 999,9720                            | 999,9718 | 999,9716 | 999,9711 | 999,9705 | 999,9698 | 999,9689 | 999,9678 | 999,9666 | 999,9652 | -0,008                                | -0,004                                       |
| 5       | 999,9637                            | 999,9620 | 999,9602 | 999,9582 | 999,9560 | 999,9537 | 999,9513 | 999,9486 | 999,9459 | 999,9430 | -0,024                                | -0,004                                       |
| 6       | 999,9399                            | 999,9367 | 999,9333 | 999,9298 | 999,9261 | 999,9223 | 999,9184 | 999,9143 | 999,9100 | 999,9056 | -0,039                                | -0,004                                       |
| 7       | 999,9011                            | 999,8964 | 999,8915 | 999,8865 | 999,8814 | 999,8761 | 999,8707 | 999,8651 | 999,8594 | 999,8536 | -0,053                                | -0,003                                       |
| 8       | 999,8476                            | 999,8415 | 999,8352 | 999,8288 | 999,8222 | 999,8155 | 999,8087 | 999,8017 | 999,7946 | 999,7873 | -0,068                                | -0,003                                       |
| 9       | 999,7799                            | 999,7724 | 999,7647 | 999,7569 | 999,7490 | 999,7409 | 999,7327 | 999,7244 | 999,7159 | 999,7073 | -0,081                                | -0,003                                       |
| 10      | 999,6985                            | 999,6896 | 999,6806 | 999,6714 | 999,6622 | 999,6527 | 999,6432 | 999,6335 | 999,6237 | 999,6137 | -0,095                                | -0,003                                       |
| 11      | 999,6037                            | 999,5934 | 999,5831 | 999,5726 | 999,5620 | 999,5513 | 999,5405 | 999,5295 | 999,5184 | 999,5071 | -0,108                                | -0,003                                       |
| 12      | 999,4958                            | 999,4843 | 999,4726 | 999,4609 | 999,4490 | 999,4370 | 999,4249 | 999,4127 | 999,4003 | 999,3878 | -0,121                                | -0,003                                       |
| 13      | 999,3752                            | 999,3624 | 999,3495 | 999,3366 | 999,3234 | 999,3102 | 999,2968 | 999,2834 | 999,2698 | 999,2560 | -0,133                                | -0,003                                       |
| 14      | 999,2422                            | 999,2282 | 999,2141 | 999,1999 | 999,1856 | 999,1712 | 999,1566 | 999,1419 | 999,1271 | 999,1122 | -0,145                                | -0,003                                       |
| 15      | 999,0972                            | 999,0820 | 999,0667 | 999,0513 | 999,0358 | 999,0202 | 999,0045 | 998,9886 | 998,9726 | 998,9566 | -0,157                                | -0,003                                       |
| 16      | 998,9404                            | 998,9240 | 998,9076 | 998,8911 | 998,8744 | 998,8576 | 998,8407 | 998,8237 | 998,8066 | 998,7894 | -0,168                                | -0,002                                       |
| 17      | 998,7721                            | 998,7546 | 998,7371 | 998,7194 | 998,7016 | 998,6837 | 998,6657 | 998,6476 | 998,6293 | 998,6110 | -0,180                                | -0,002                                       |
| 18      | 998,5926                            | 998,5740 | 998,5553 | 998,5365 | 998,5177 | 998,4987 | 998,4796 | 998,4604 | 998,4410 | 998,4216 | -0,190                                | -0,002                                       |
| 19      | 998,4021                            | 998,3824 | 998,3627 | 998,3428 | 998,3229 | 998,3028 | 998,2826 | 998,2623 | 998,2419 | 998,2214 | -0,201                                | -0,002                                       |
| 20      | 998,2008                            | 998,1801 | 998,1593 | 998,1384 | 998,1174 | 998,0963 | 998,0751 | 998,0537 | 998,0323 | 998,0108 | -0,212                                | -0,002                                       |
| 21      | 997,9891                            | 997,9674 | 997,9455 | 997,9236 | 997,9015 | 997,8794 | 997,8571 | 997,8348 | 997,8123 | 997,7898 | -0,222                                | -0,002                                       |
| 22      | 997,7671                            | 997,7443 | 997,7215 | 997,6985 | 997,6755 | 997,6523 | 997,6290 | 997,6057 | 997,5822 | 997,5586 | -0,232                                | -0,002                                       |
| 23      | 997,5350                            | 997,5112 | 997,4874 | 997,4634 | 997,4394 | 997,4152 | 997,3910 | 997,3666 | 997,3422 | 997,3176 | -0,242                                | -0,002                                       |
| 24      | 997,2930                            | 997,2683 | 997,2434 | 997,2185 | 997,1935 | 997,1683 | 997,1431 | 997,1178 | 997,0924 | 997,0669 | -0,252                                | -0,002                                       |
| 25      | 997,0413                            | 997,0156 | 996,9898 | 996,9639 | 996,9379 | 996,9118 | 996,8857 | 996,8594 | 996,8330 | 996,8066 | -0,261                                | -0,002                                       |
| 26      | 996,7800                            | 996,7534 | 996,7267 | 996,6998 | 996,6729 | 996,6459 | 996,6188 | 996,5916 | 996,5643 | 996,5369 | -0,271                                | -0,002                                       |
| 27      | 996,5095                            | 996,4819 | 996,4542 | 996,4265 | 996,3986 | 996,3707 | 996,3427 | 996,3146 | 996,2864 | 996,2581 | -0,280                                | -0,002                                       |
| 28      | 996,2297                            | 996,2012 | 996,1726 | 996,1440 | 996,1152 | 996,0864 | 996,0574 | 996,0284 | 995,9993 | 995,9701 | -0,289                                | -0,002                                       |
| 29      | 995,9408                            | 995,9115 | 995,8820 | 995,8525 | 995,8228 | 995,7931 | 995,7633 | 995,7334 | 995,7034 | 995,6733 | -0,298                                | -0,002                                       |
| 30      | 995,6431                            | 995,6129 | 995,5826 | 995,5521 | 995,5216 | 995,4910 | 995,4603 | 995,4296 | 995,3987 | 995,3677 | -0,306                                | -0,002                                       |
| 31      | 995,3367                            | 995,3056 | 995,2744 | 995,2431 | 995,2117 | 995,1803 | 995,1487 | 995,1171 | 995,0854 | 995,0536 | -0,315                                | -0,002                                       |
| 32      | 995,0217                            | 994,9897 | 994,9577 | 994,9255 | 994,8933 | 994,8610 | 994,8286 | 994,7962 | 994,7636 | 994,7310 | -0,323                                | -0,002                                       |
| 33      | 994,6983                            | 994,6654 | 994,6326 | 994,5996 | 994,5665 | 994,5334 | 994,5002 | 994,4669 | 994,4335 | 994,4000 | -0,332                                | -0,002                                       |
| 34      | 994,3665                            | 994,3329 | 994,2992 | 994,2654 | 994,2315 | 994,1976 | 994,1635 | 994,1294 | 994,0952 | 994,0609 | -0,340                                | -0,002                                       |
| 35      | 994,0266                            | 993,9922 | 993,9576 | 993,9231 | 993,8884 | 993,8536 | 993,8188 | 993,7839 | 993,7489 | 993,7138 | -0,348                                | -0,002                                       |
| 36      | 993,6787                            | 993,6434 | 993,6081 | 993,5728 | 993,5373 | 993,5018 | 993,4661 | 993,4304 | 993,3947 | 993,3588 | -0,356                                | -0,002                                       |
| 37      | 993,3229                            | 993,2869 | 993,2508 | 993,2146 | 993,1784 | 993,1421 | 993,1057 | 993,0692 | 993,0327 | 992,9961 | -0,364                                | -0,002                                       |
| 38      | 992,9594                            | 992,9226 | 992,8857 | 992,8488 | 992,8118 | 992,7747 | 992,7376 | 992,7004 | 992,6631 | 992,6257 | -0,371                                | -0,002                                       |
| 39      | 992,5882                            | 992,5507 | 992,5131 | 992,4755 | 992,4377 | 992,3999 | 992,3620 | 992,3240 | 992,2860 | 992,2479 | -0,379                                | -0,002                                       |
| 40      | 992,2097                            |          |          |          |          |          |          |          |          |          |                                       |  |
| t<br>°C | 0                                   | 1        | 2        | 3        | 4        | 5        | 6        | 7        | 8        | 9        |                                       |  |
| 40      |                                     | 991,826  | 991,432  | 991,031  | 990,623  | 990,208  | 989,786  | 989,358  | 988,922  | 988,479  |                                       |  |
| 50      | 988,030                             | 987,575  | 987,113  | 986,644  | 986,169  | 985,688  | 985,201  | 984,707  | 984,208  | 983,702  |                                       |  |
| 60      | 983,191                             | 982,673  | 982,150  | 981,621  | 981,086  | 980,546  | 979,999  | 979,448  | 978,890  | 978,327  |                                       |  |
| 70      | 977,759                             | 977,185  | 976,606  | 976,022  | 975,432  | 974,837  | 974,237  | 973,632  | 973,021  | 972,405  |                                       |  |
| 80      | 971,785                             | 971,159  | 970,528  | 969,892  | 969,252  | 968,606  | 967,955  | 967,300  | 966,639  | 965,974  |                                       |  |
| 90      | 965,304                             | 964,630  | 963,950  | 963,266  | 962,577  | 961,883  | 961,185  | 960,482  | 959,774  | 959,062  |                                       |  |
| 100     | 958,345                             |          |          |          |          |          |          |          |          |          |                                       |  |

\*) Berechnungsformeln siehe /21/

Tabelle 2.2:

**Dichte von trockener/feuchter Luft**

(Tabelle aus Leitfaden für die Volumenbestimmung bei Referenzmessprozeduren /24/)

Luftdichte für eine Luftfeuchte von 50 % (CO<sub>2</sub>-Gehalt 0,04 %) als Funktion von Lufttemperatur und LuftdruckTemperaturskala: ITS-90, Luftdichte in kg/m<sup>3</sup>

| $t_L$<br>in °C | $p_L$ in hPa |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|----------------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                | 950          | 960   | 970   | 980   | 990   | 1000  | 1010  | 1020  | 1030  | 1040  | 1050  | 1060  |
| 15             | 1,145        | 1,157 | 1,169 | 1,181 | 1,193 | 1,206 | 1,218 | 1,230 | 1,242 | 1,254 | 1,266 | 1,278 |
| 16             | 1,141        | 1,153 | 1,165 | 1,177 | 1,189 | 1,201 | 1,213 | 1,225 | 1,237 | 1,249 | 1,261 | 1,273 |
| 17             | 1,137        | 1,149 | 1,161 | 1,173 | 1,185 | 1,197 | 1,209 | 1,221 | 1,233 | 1,245 | 1,257 | 1,269 |
| 18             | 1,132        | 1,144 | 1,156 | 1,168 | 1,180 | 1,192 | 1,204 | 1,216 | 1,228 | 1,240 | 1,252 | 1,264 |
| 19             | 1,128        | 1,140 | 1,152 | 1,164 | 1,176 | 1,188 | 1,200 | 1,212 | 1,224 | 1,236 | 1,248 | 1,259 |
| 20             | 1,124        | 1,136 | 1,148 | 1,160 | 1,172 | 1,183 | 1,195 | 1,207 | 1,219 | 1,231 | 1,243 | 1,255 |
| 21             | 1,120        | 1,132 | 1,144 | 1,155 | 1,167 | 1,179 | 1,191 | 1,203 | 1,215 | 1,227 | 1,238 | 1,250 |
| 22             | 1,116        | 1,128 | 1,139 | 1,151 | 1,163 | 1,175 | 1,187 | 1,198 | 1,210 | 1,222 | 1,234 | 1,246 |
| 23             | 1,112        | 1,123 | 1,135 | 1,147 | 1,159 | 1,170 | 1,182 | 1,194 | 1,206 | 1,217 | 1,229 | 1,241 |
| 24             | 1,107        | 1,119 | 1,131 | 1,143 | 1,154 | 1,166 | 1,178 | 1,190 | 1,201 | 1,213 | 1,225 | 1,236 |
| 25             | 1,103        | 1,115 | 1,127 | 1,138 | 1,150 | 1,162 | 1,173 | 1,185 | 1,197 | 1,209 | 1,220 | 1,232 |
| 26             | 1,099        | 1,111 | 1,122 | 1,134 | 1,146 | 1,157 | 1,169 | 1,181 | 1,192 | 1,204 | 1,216 | 1,227 |
| 27             | 1,095        | 1,107 | 1,118 | 1,130 | 1,142 | 1,153 | 1,165 | 1,176 | 1,188 | 1,200 | 1,211 | 1,223 |
| 28             | 1,091        | 1,103 | 1,114 | 1,126 | 1,137 | 1,149 | 1,160 | 1,172 | 1,184 | 1,195 | 1,207 | 1,218 |
| 29             | 1,087        | 1,098 | 1,110 | 1,121 | 1,133 | 1,145 | 1,156 | 1,168 | 1,179 | 1,191 | 1,202 | 1,214 |
| 30             | 1,083        | 1,094 | 1,106 | 1,117 | 1,129 | 1,140 | 1,152 | 1,163 | 1,175 | 1,186 | 1,198 | 1,209 |

Die Luftdichte  $\rho_L$  (in kg/m<sup>3</sup>) ist durch

$$\rho_L = \frac{k_1 p_L + \varphi(k_2 t_L + k_3)}{t_L + t_{L0}}$$

gegeben.  $p_L$  ist der Luftdruck in hPa,  $\varphi$  die relative Luftfeuchte in %,  $t_L$  die Lufttemperatur in °C.

Dabei sind die folgenden Koeffizienten zu verwenden:

$$k_1 = 0,34844 \text{ (kg/m}^3\text{) * }^\circ\text{C/hPa}$$

$$k_2 = -0,00252 \text{ kg/m}^3$$

$$k_3 = 0,020582 \text{ (kg/m}^3\text{) * }^\circ\text{C}$$

$$t_{L0} = 273,15 \text{ }^\circ\text{C.}$$

**Anhang 3 Modellbeispiele für Messunsicherheitsberechnungen**

- Bild 1 bis Bild 6: Volumetrisches Prüfverfahren (Befüllung des Prüflings)
- Bild 7 bis Bild 12: Volumetrisches Prüfverfahren (Entleerung des Prüflings)
- Bild 13 bis Bild 18: Gravimetrisches Prüfverfahren, Variante 2 – Einfache Wägung
- Bild 19 bis Bild 24: Gravimetrisches Prüfverfahren, Variante 1 – Substitutionswägemethode



# Volumetrisches Prüfverfahren (Befüllung des Prüflings)

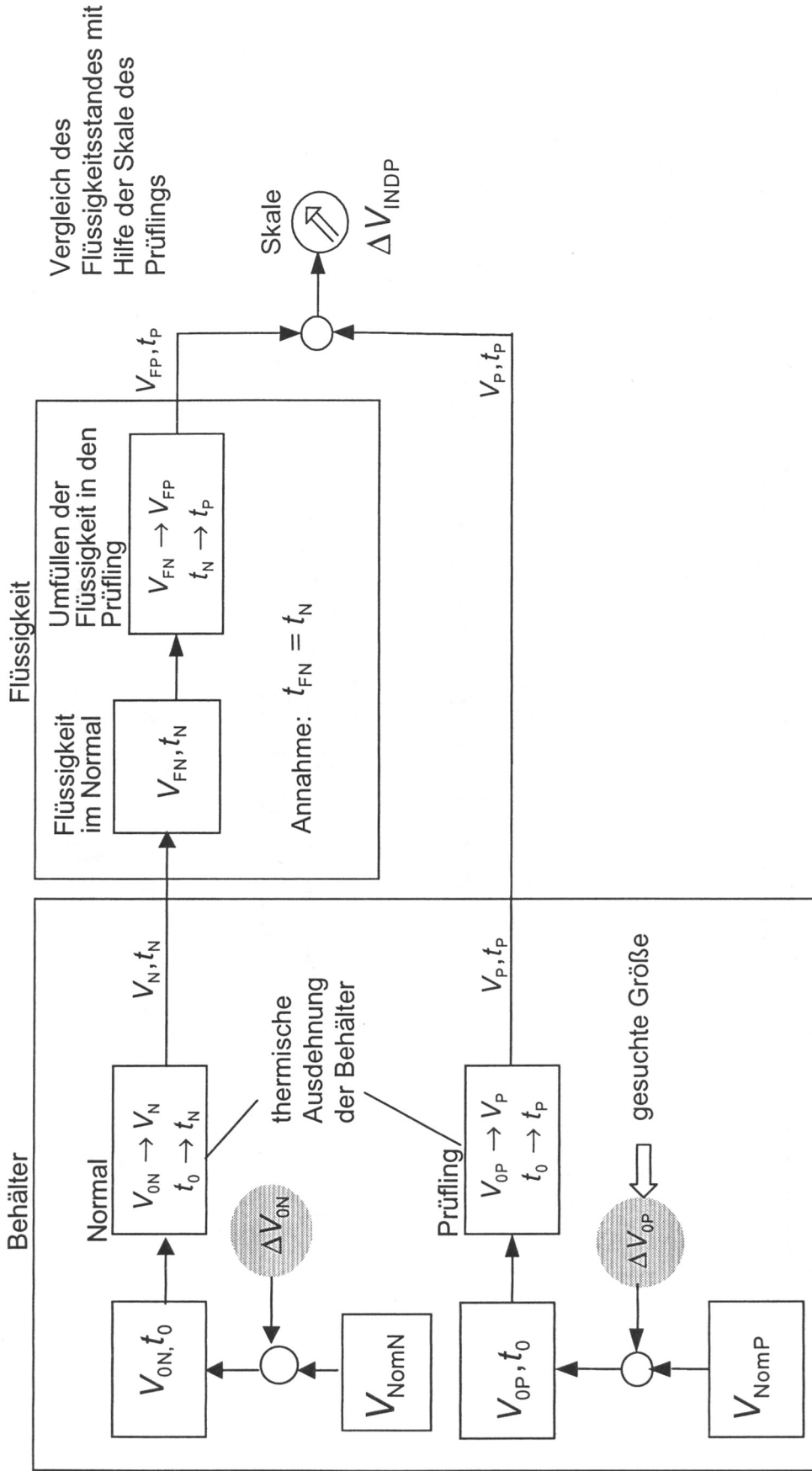
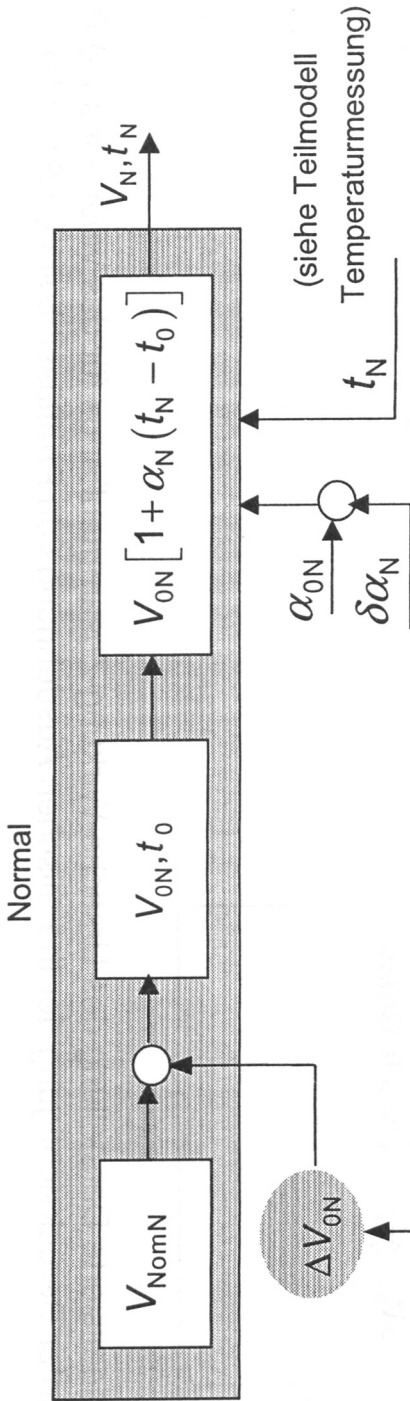


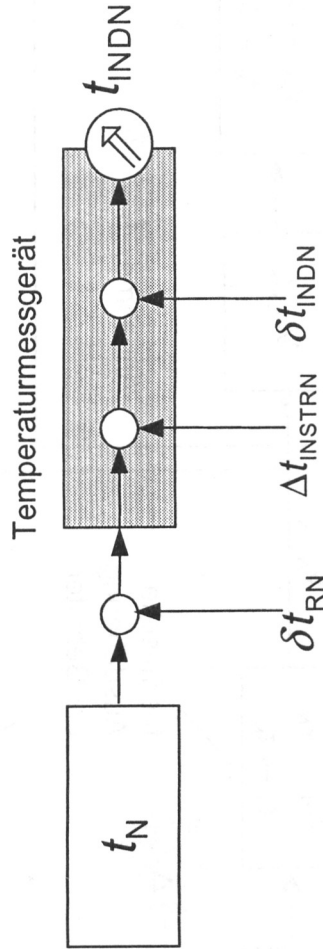
Bild 1: Idealierte Darstellung des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das volumetrische Prüfverfahren unter Berücksichtigung der thermischen Ausdehnung von Prüfflüssigkeit und Behälter



Kal. des Normals

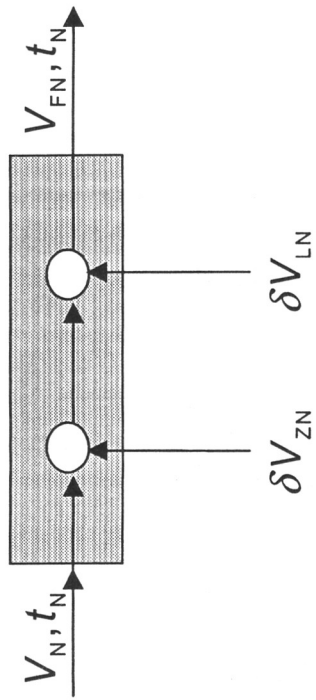
$$V_{ON} = V_{NomN} + \Delta V_{ON}$$

$$V_N = V_{ON} [1 + (\alpha_{ON} + \delta\alpha_N)(t_N - t_0)]$$



$$t_N = t_{INDN} - \delta t_{INDN} - \Delta t_{INSTRN} - \delta t_{RN}$$

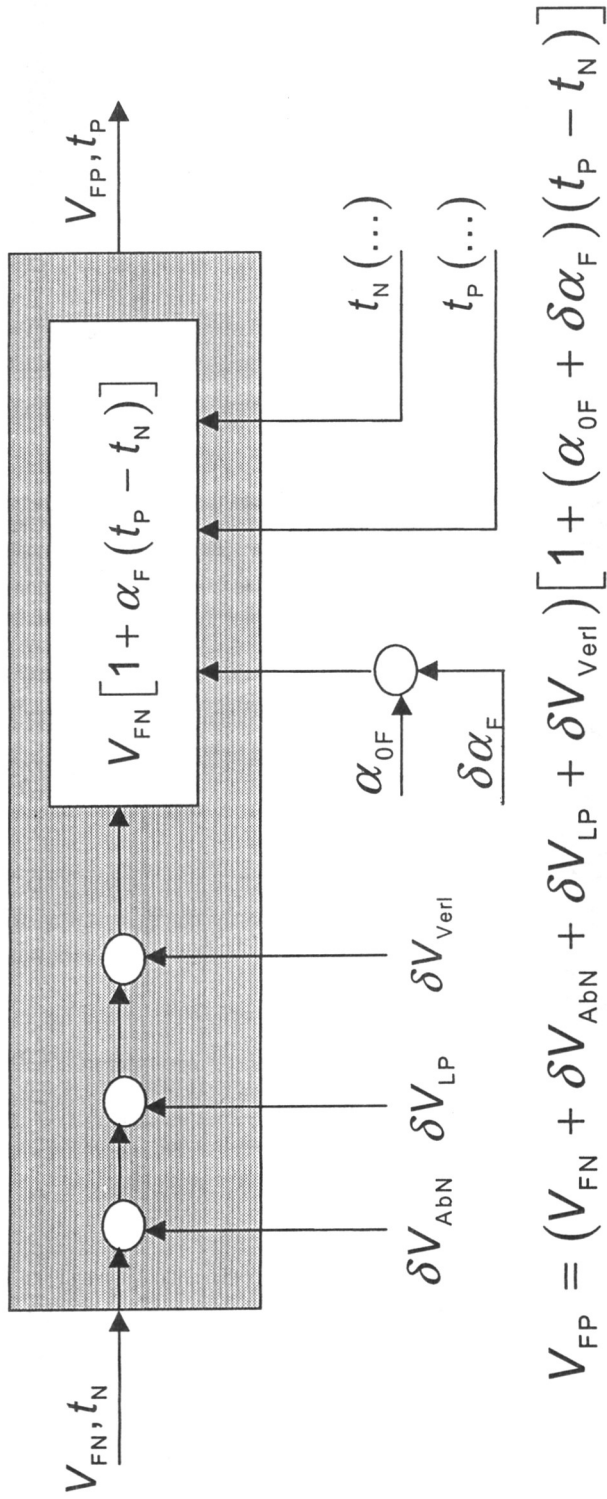
Bild 2: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das Behältervolumen, die Volumenausdehnung sowie der Temperaturmessung im Normal.



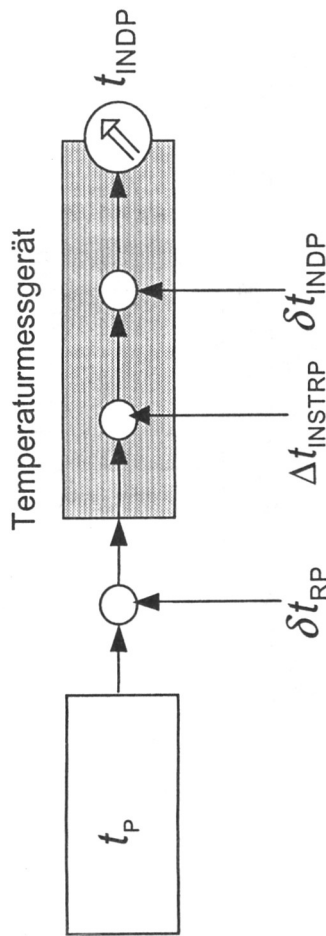
$$V_{FN} = V_N + \delta V_{ZN} + \delta V_{LN}$$

Bild 3: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das Flüssigkeitsvolumen im verwendeten Normal



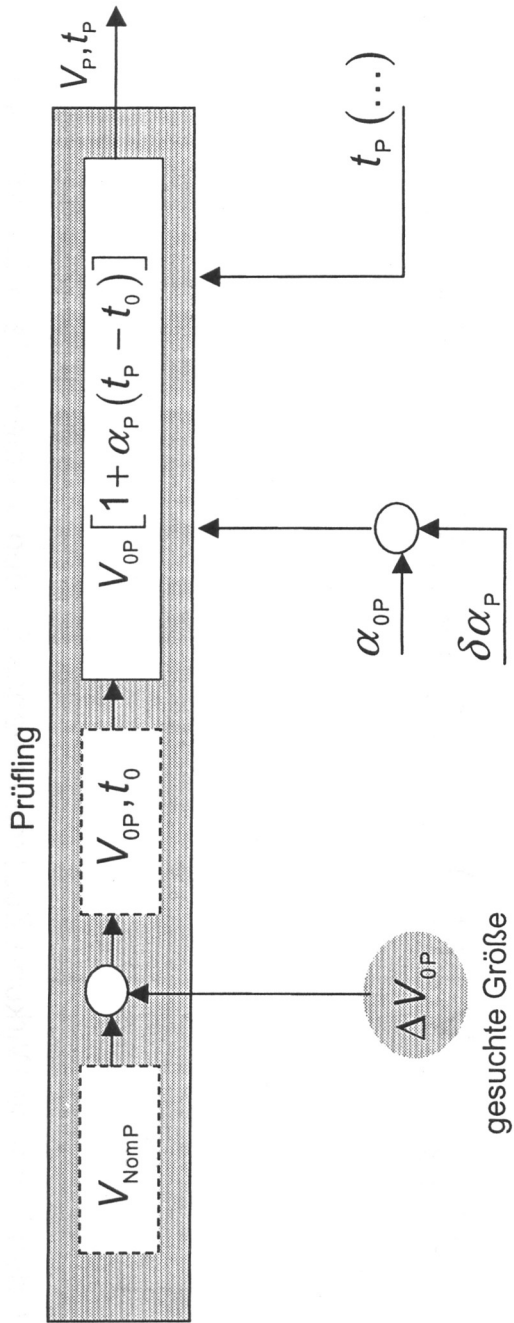


$$V_{FP} = (V_{FN} + \delta V_{AbN} + \delta V_{LP} + \delta V_{Verl}) [1 + (\alpha_{0F} + \delta \alpha_F) (t_P - t_N)]$$



$$t_P = t_{INDP} - \delta t_{INDP} - \Delta t_{INSTRP} - \delta t_{RP}$$

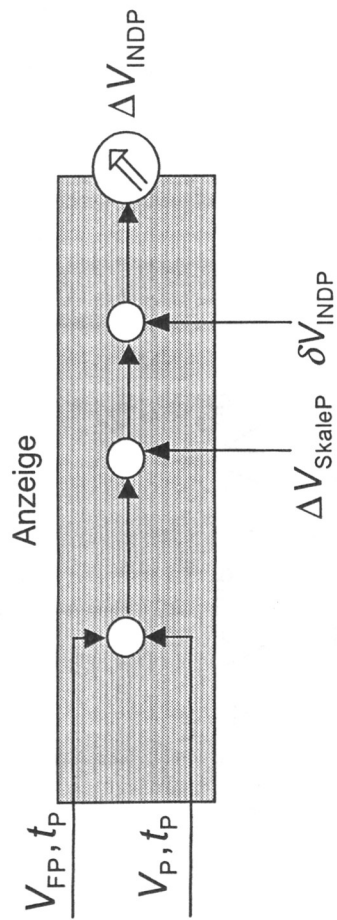
Bild 4: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das Behältervolumen beim Umfüllen der Prüfflüssigkeit in den Prüfling, die Volumenausdehnung sowie der Temperaturmessung im Prüfling



$$V_P = V_{0P} [1 + (\alpha_{0P} + \delta \alpha_P)(t_P - t_0)]$$

$$V_{0P} = V_{\text{NomP}} + \Delta V_{0P}$$

Bild 5: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das Behältervolumen des Prüflings



$$\Delta V_{INDP} = V_{FP}(t_P) - V_P(t_P) + \Delta V_{SkaleP} + \delta V_{INDP}$$

Bild 6: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für den Vergleich des Flüssigkeitsstandes mit Hilfe der Skale des Prüflings

# Volumetrisches Verfahren (Entleerung des Prüflings)

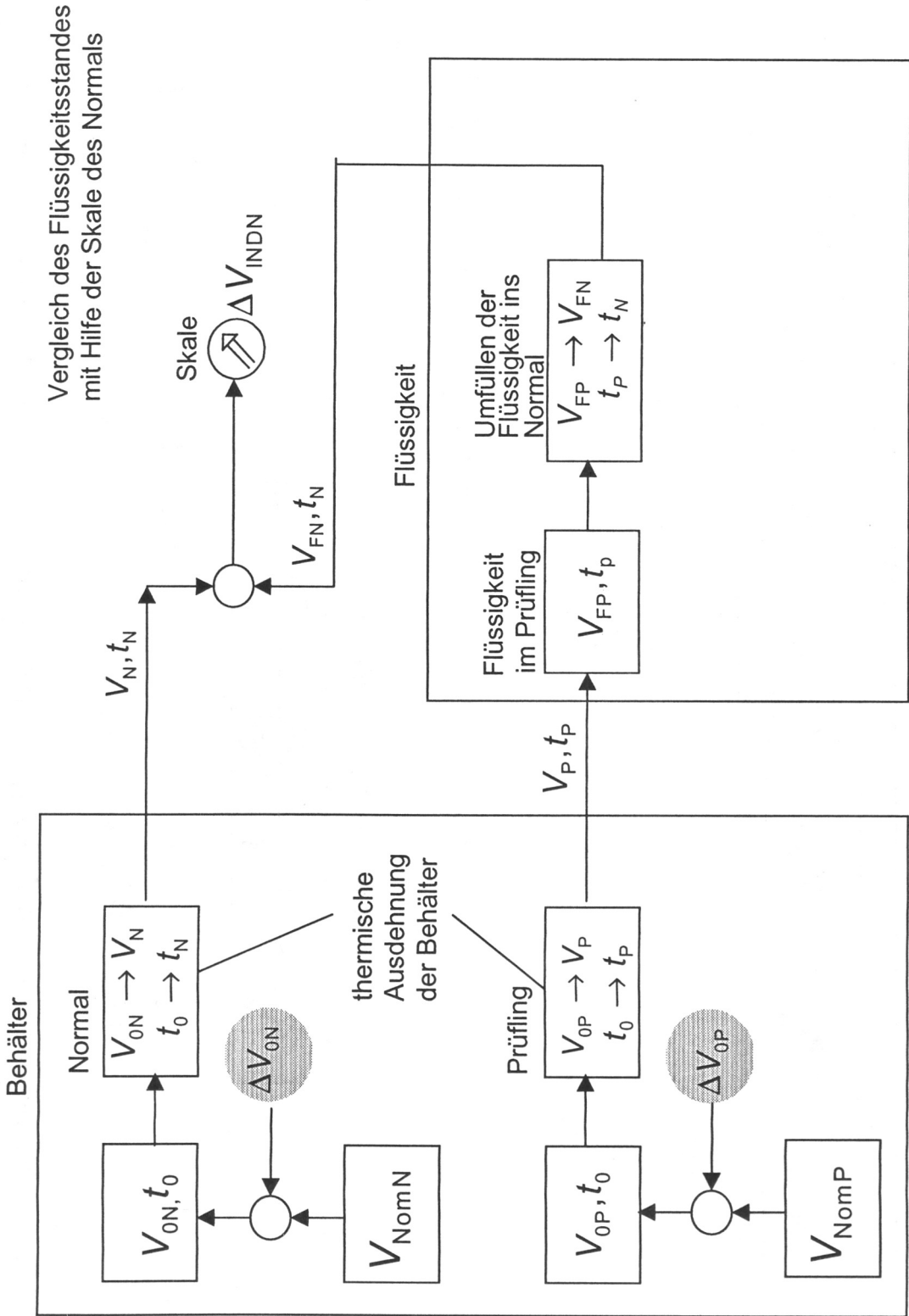


Bild 7: Idealierte Darstellung des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das volumetrische Prüfverfahren unter Berücksichtigung der thermischen Ausdehnung von Prüfflüssigkeit und Behälter



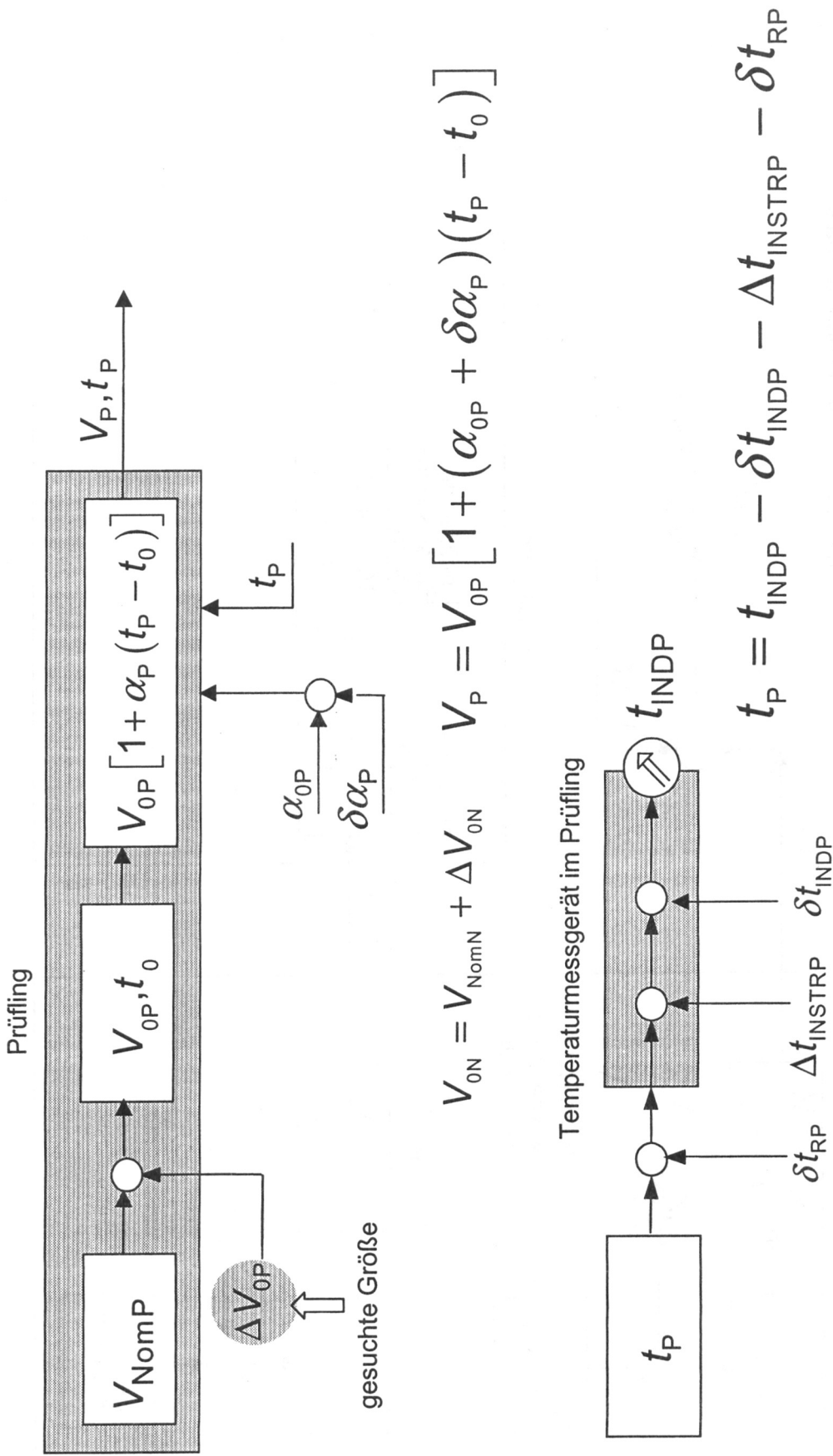
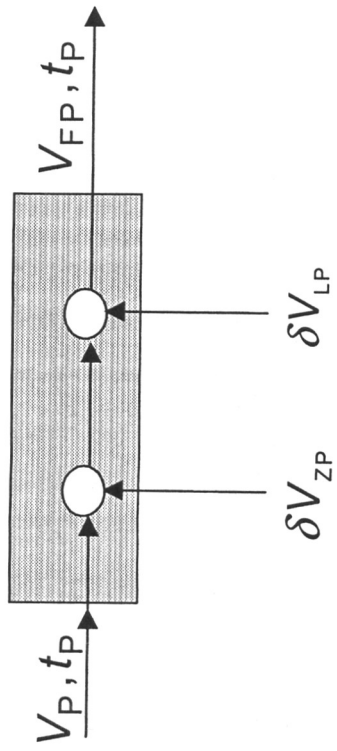
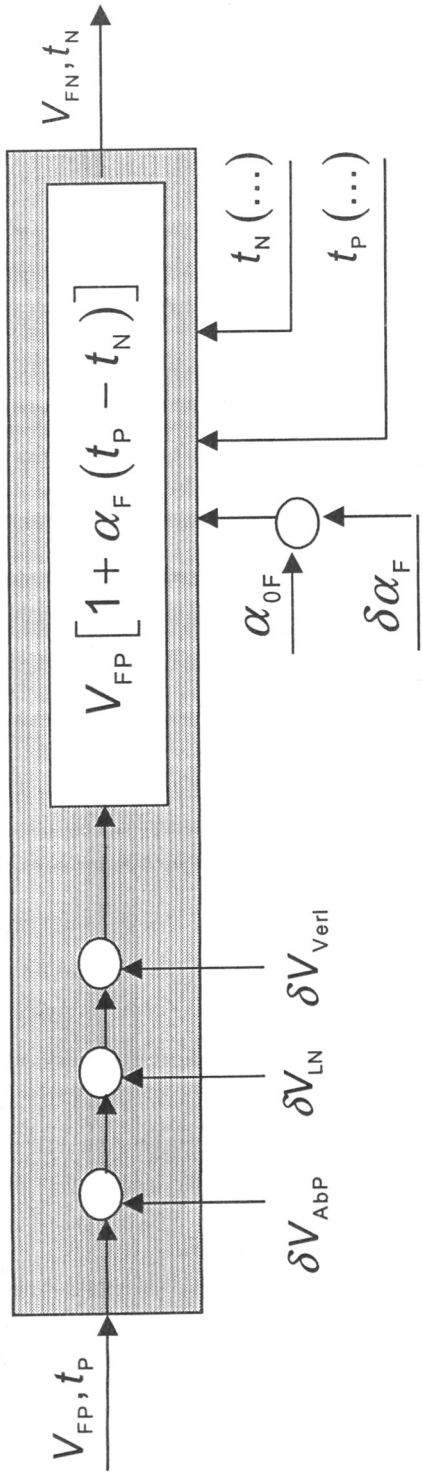


Bild 8: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das Behältervolumen, die Volumenausdehnung sowie die Temperaturmessung im Prüfling

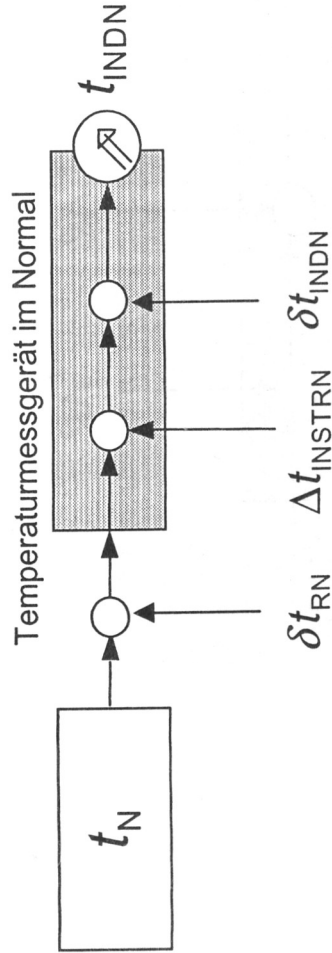


$$V_{FP} = V_P + \delta V_{ZP} + \delta V_{LP}$$

Bild 9: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das Flüssigkeitsvolumen im Prüfling

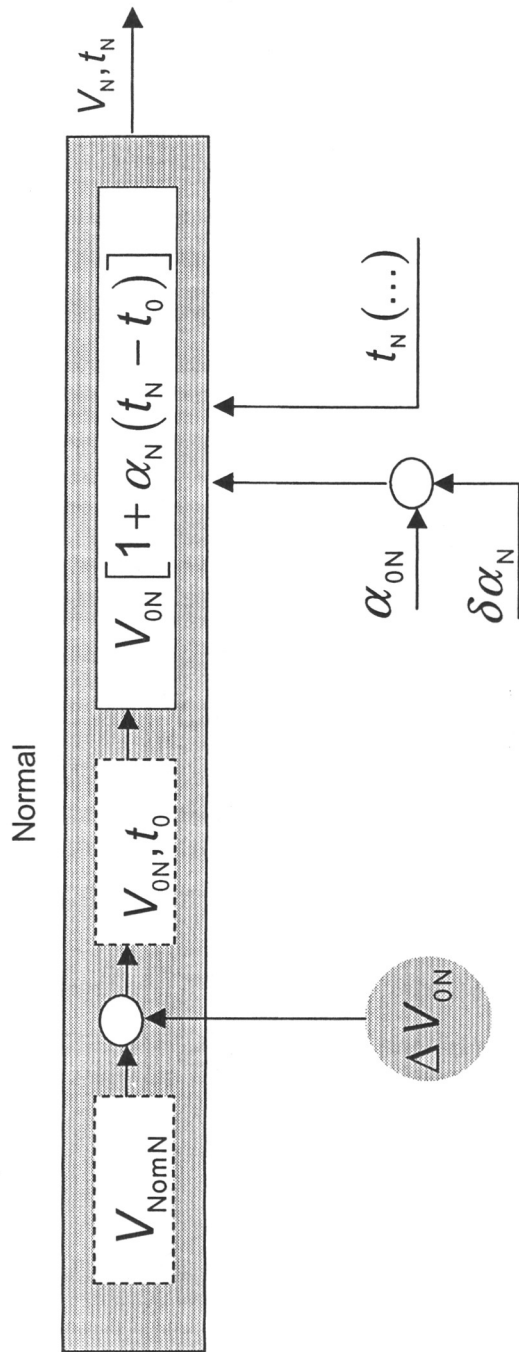


$$V_{FN}(t_N) = (V_{FP} + \delta V_{AbP} \delta V_{AbN} + \delta V_{Verl}) [1 + (\alpha_{0F} + \delta\alpha_F)(t_P - t_N)]^{-1}$$



$$t_N = t_{INDN} - \delta t_{INDN} - \Delta t_{INSTRN} - \delta t_{RN}$$

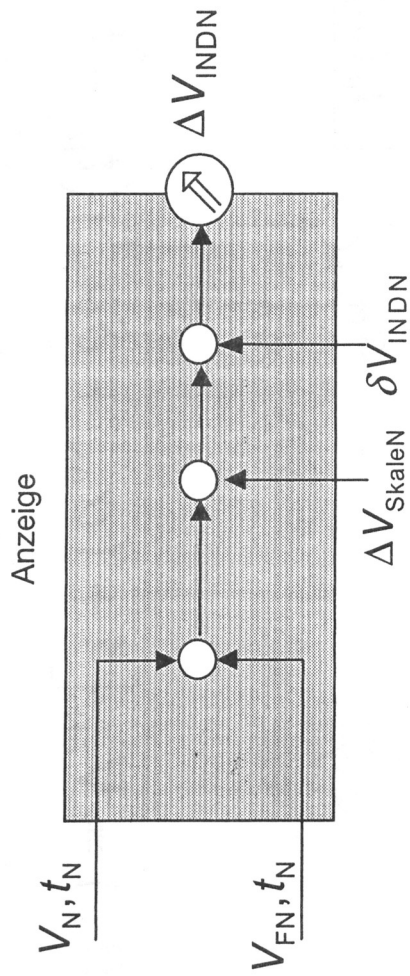
Bild 10: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das Behältervolumen, die Volumenausdehnung sowie die Temperaturmessung im Normal



$$V_N(t_N) = V_{\text{ON}} [1 + (\alpha_{\text{ON}} + \delta\alpha_N)(t_N - t_0)]$$

$$V_{\text{ON}} = V_{\text{NomN}} + \Delta V_{\text{ON}}$$

Bild 11: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das Behältervolumen des Normals



$$\Delta V_{\text{INDN}} = V_{\text{FN}}(t_N) - V_N(t_N) + \Delta V_{\text{SkaLeN}} + \delta V_{\text{INDN}}$$

Bild 12: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für den Vergleich des Flüssigkeitsstandes mit Hilfe der Skale des Normals

# Gravimetrisches Prüfverfahren, Variante 2 - Einfache Wägung

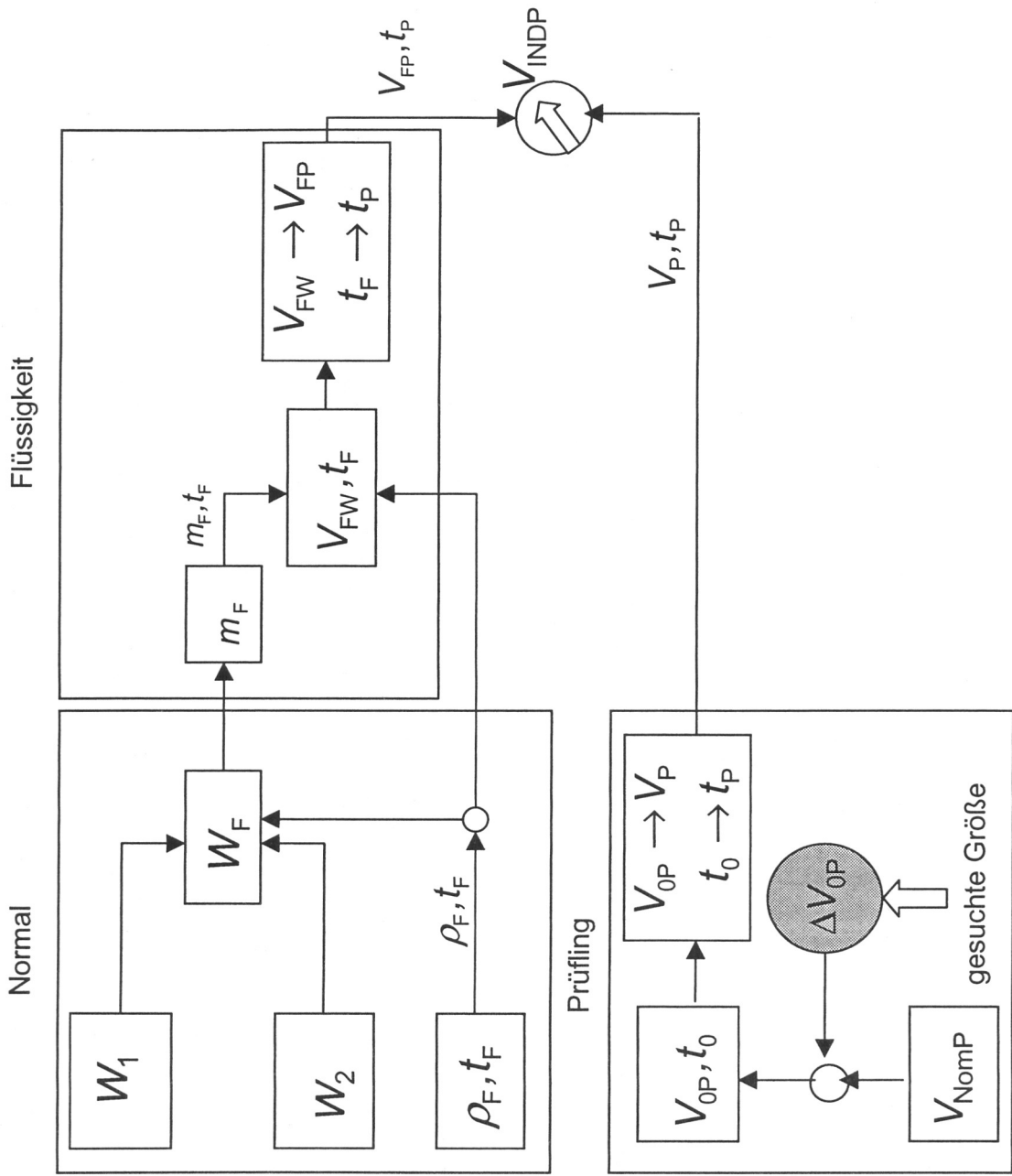
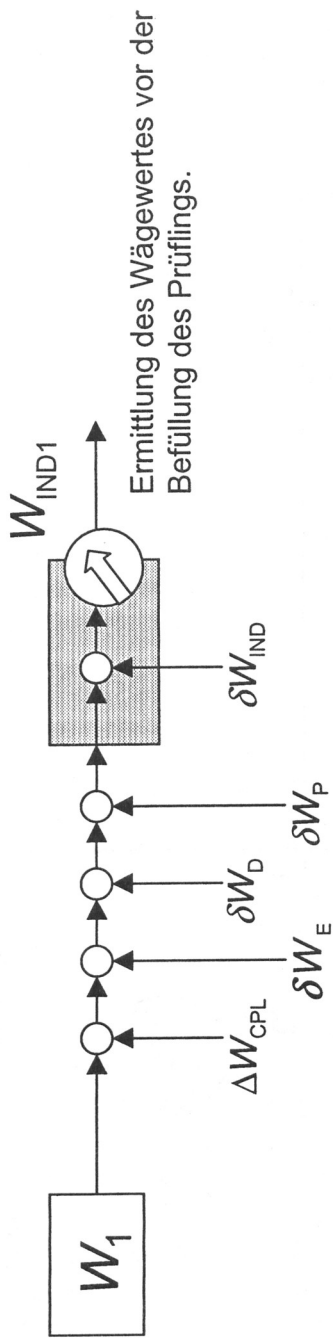
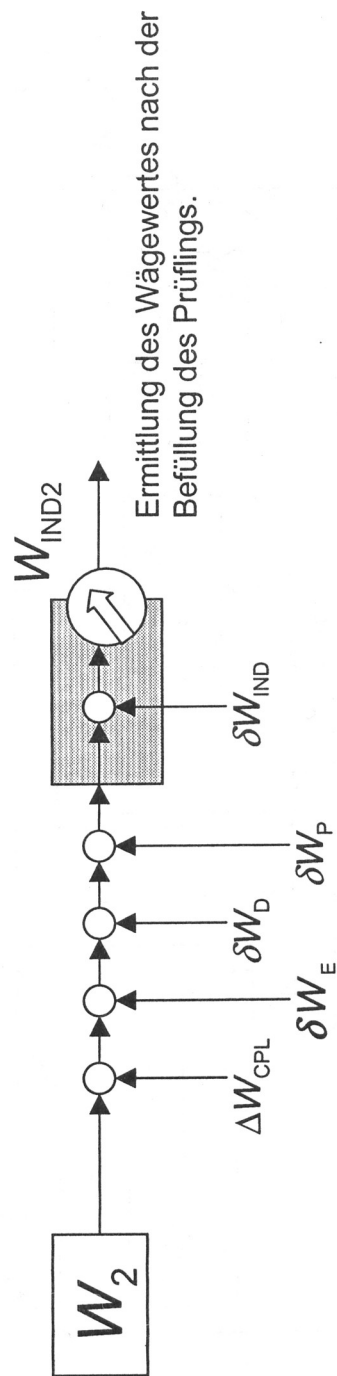


Bild 13: Idealierte Darstellung des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das gravimetrische Prüfverfahren unter Berücksichtigung der thermischen Ausdehnung des Behälters

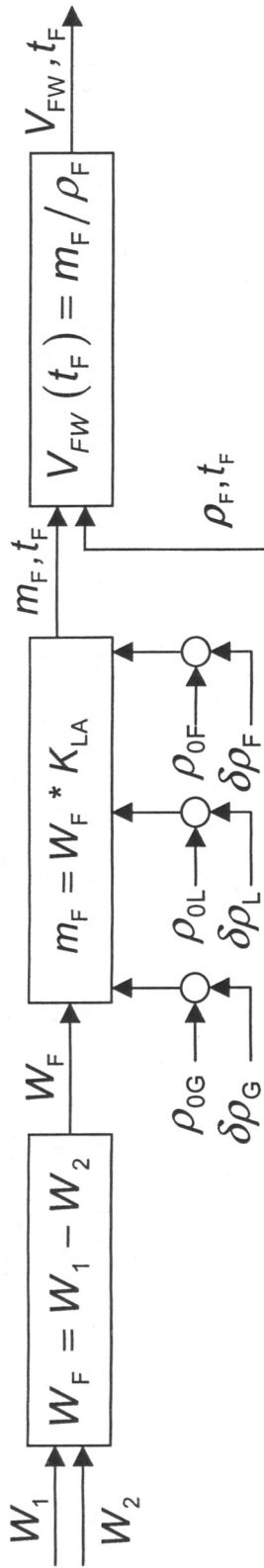


$$W_1 = W_{\text{IND1}} - \Delta W_{\text{CPL}} - \delta W_{\text{E}} - \delta W_{\text{D}} - \delta W_{\text{P}} - \delta W_{\text{IND}}$$

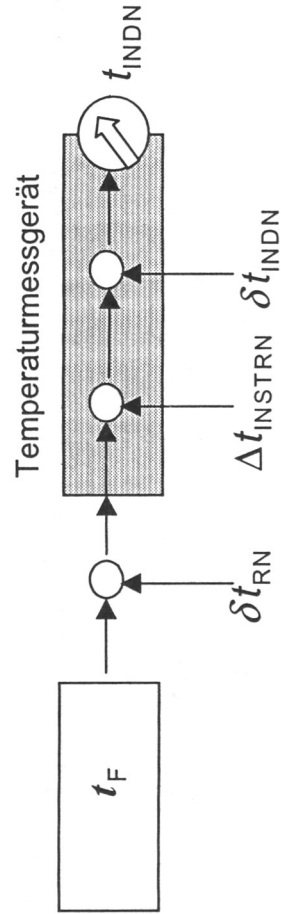


$$W_2 = W_{\text{IND2}} - \Delta W_{\text{CPL}} - \delta W_{\text{E}} - \delta W_{\text{D}} - \delta W_{\text{P}} - \delta W_{\text{IND}}$$

Bild 14: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für die Anzeigen der beiden Bruttowägewerte der Prüflüssigkeit mit Hilfe der Anzeige der Waage



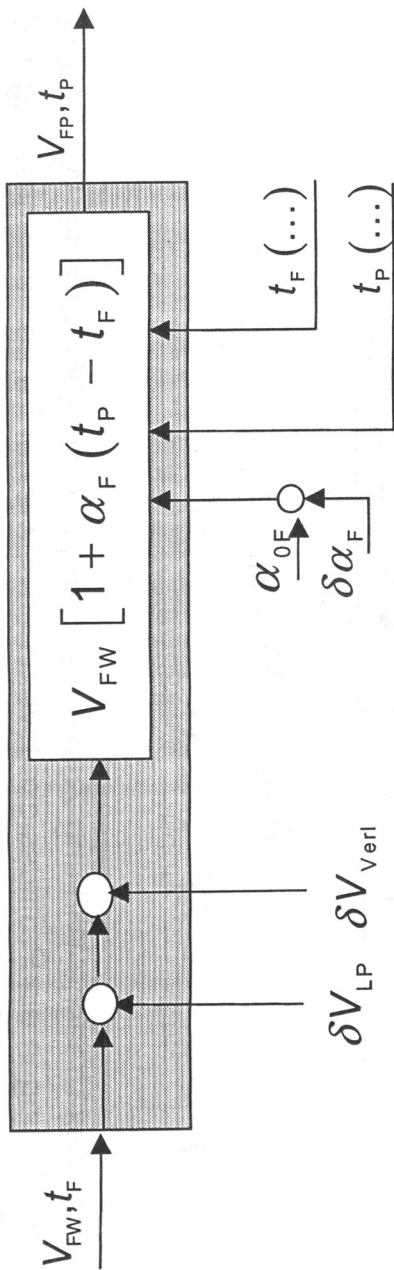
$$V_{FW, t_F} = W_F^* \frac{[(\rho_{0G} + \delta\rho_G) - (\rho_{0L} + \delta\rho_L)]}{(\rho_{0G} + \delta\rho_G) [(\rho_{0F} + \delta\rho_F) - (\rho_{0L} + \delta\rho_L)]}$$



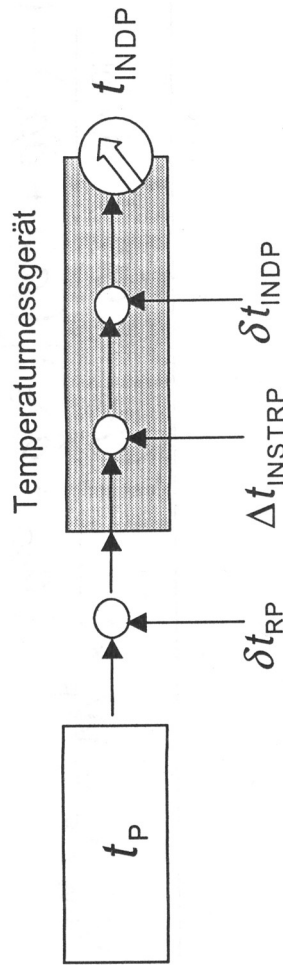
$$t_F = t_{INDN} - \delta t_{INDN} - \Delta t_{INSTRN} - \delta t_{RN}$$

Bild 15: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für die Differenz der Wägewerte, der Umrechnung in ein Prüfflüssigkeitsvolumen sowie der Temperaturmessung in der Prüfflüssigkeit, die sich im Wägebehälter befindet



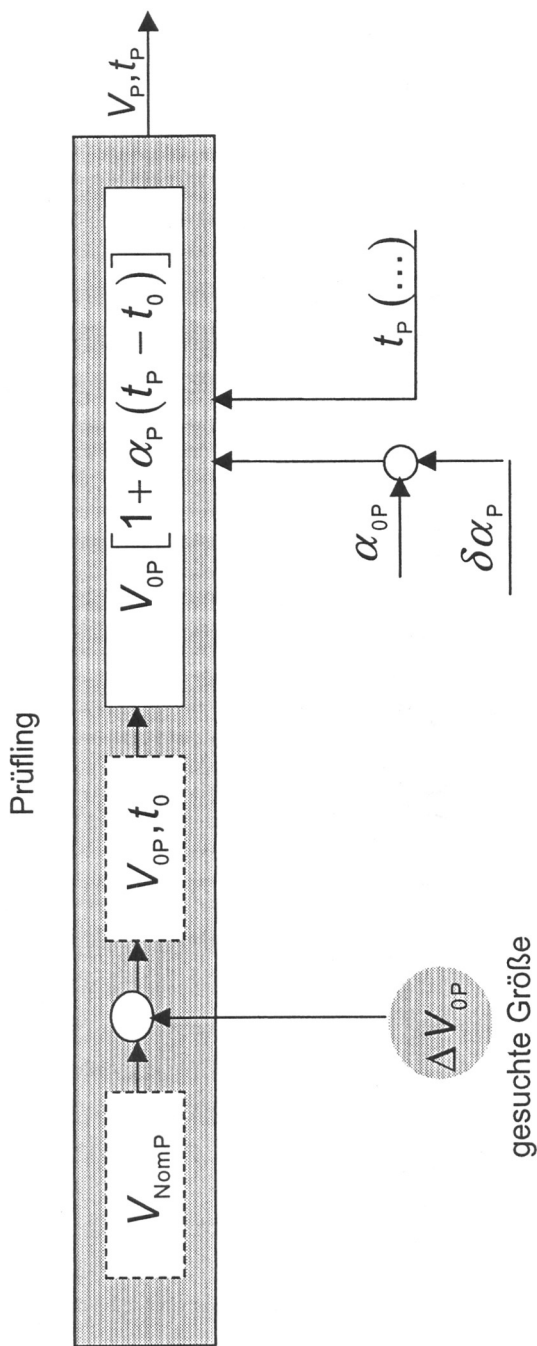


$$V_{FP}(t_P) = (V_{FW}(t_F) + \delta V_{LP} + \delta V_{Verl}) [1 + (\alpha_{0F} + \delta \alpha_F)(t_P - t_F)]$$



$$t_P = t_{INDP} - \delta t_{INDP} - \Delta t_{INSTRP} - \delta t_{RP}$$

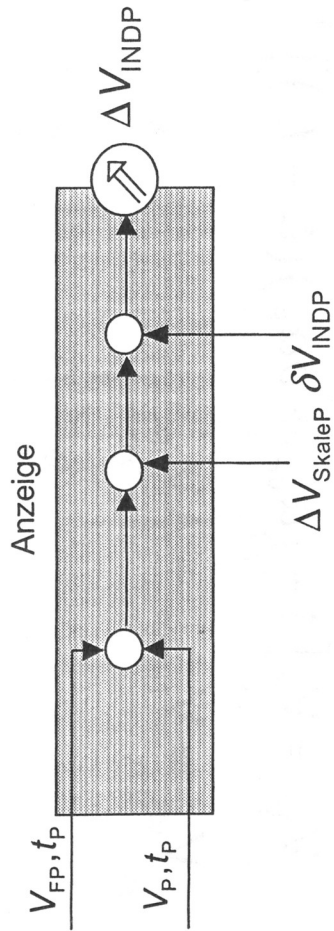
Bild 16: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für die Volumenverhältnisse im Prüfling nach Einfüllen der aus dem Wägebehälter entnommenen Prüflüssigkeit sowie der Temperaturmessung im Prüfling



$$V_{0P} = V_P [1 + (\alpha_{0P} + \delta\alpha_P)(t_P - t_0)]^{-1}$$

$$V_{0P} = V_{\text{NomP}} + \Delta V_{0P}$$

Bild 17: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das Behältervolumen des Prüflings.



$$\Delta V_{\text{INDP}} = V_{\text{FP}}(t_P) - V_{\text{P}}(t_P) + \Delta V_{\text{ScaleP}} + \delta V_{\text{INDP}}$$

Bild 18: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für den Vergleich des Flüssigkeitsstandes mit Hilfe der Skale des Prüflings

# Gravimetrisches Prüfverfahren, Variante 1 - Substitutionswägemethode

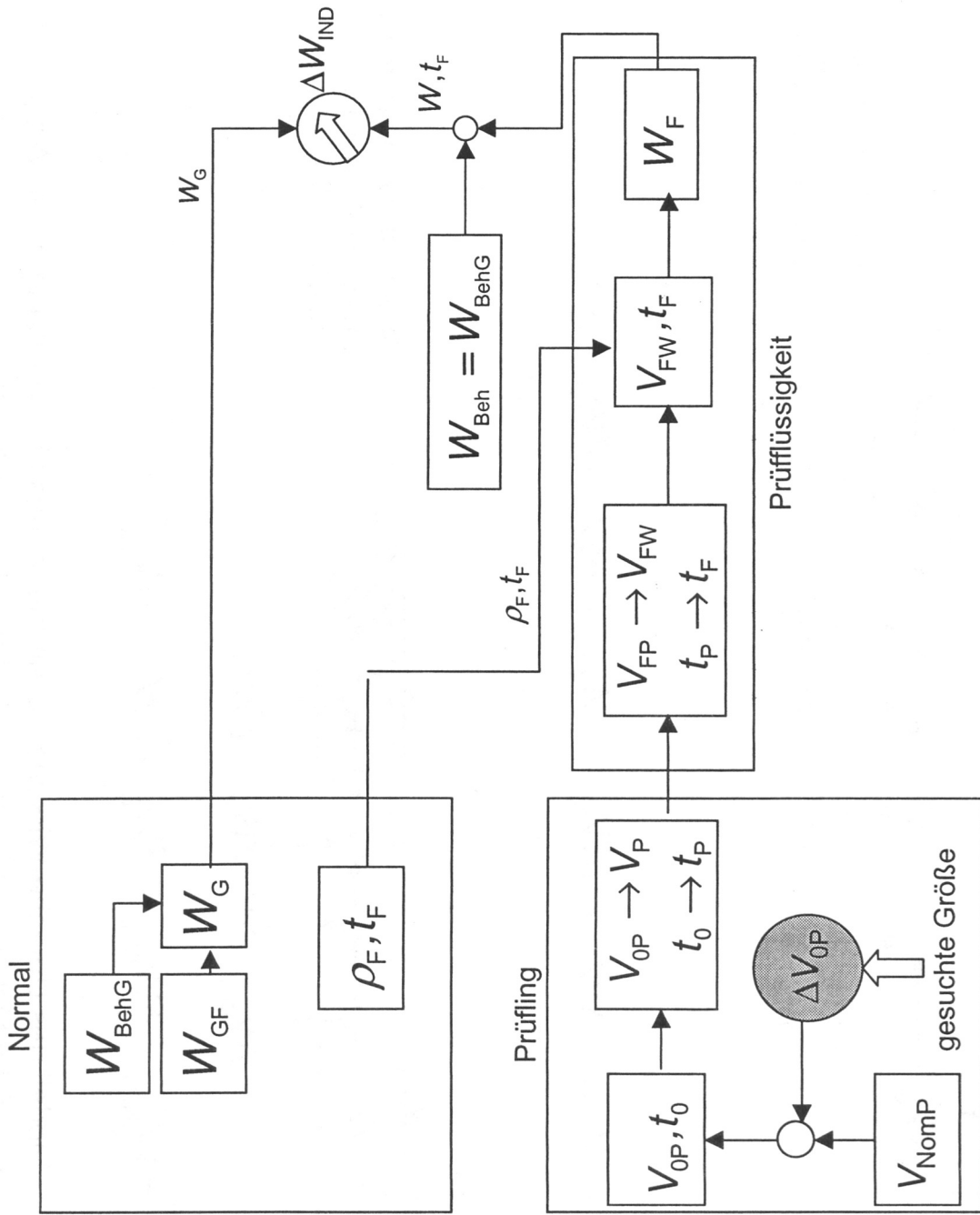
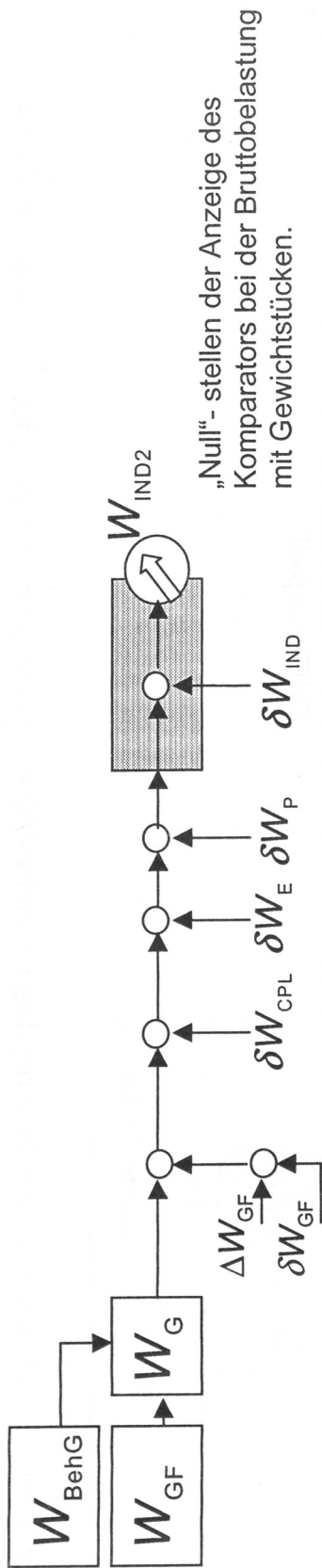
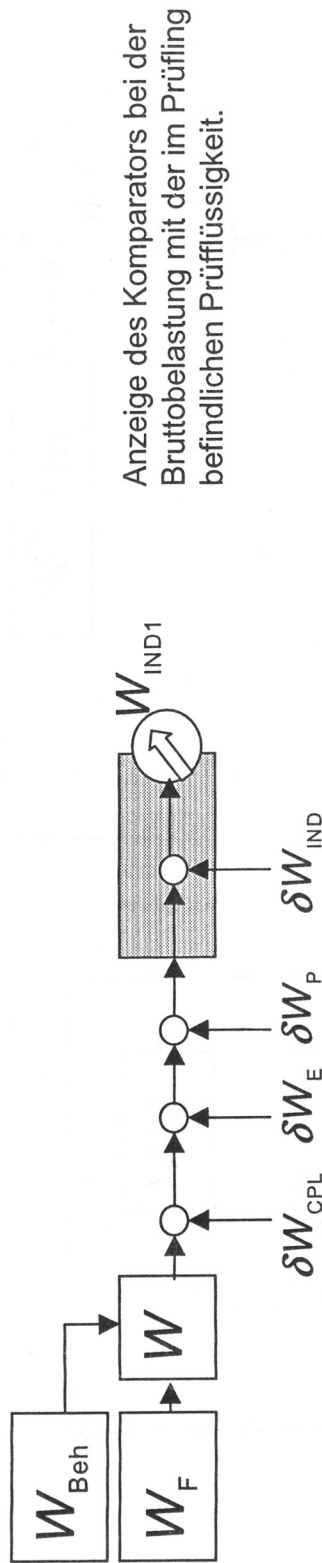


Bild 19: Idealierte Darstellung des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das gravimetrische Prüfverfahren unter Berücksichtigung der thermischen Ausdehnung des Behälters

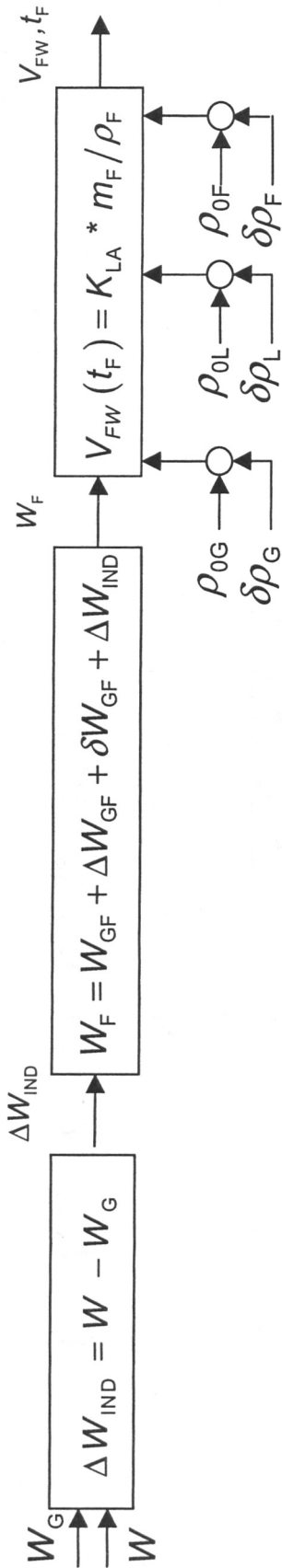


$$W_G = W_{IND2} - \Delta W_{GF} - \delta W_{GF} - \delta W_{CPL} - \delta W_E - \delta W_P - \delta W_{IND}$$

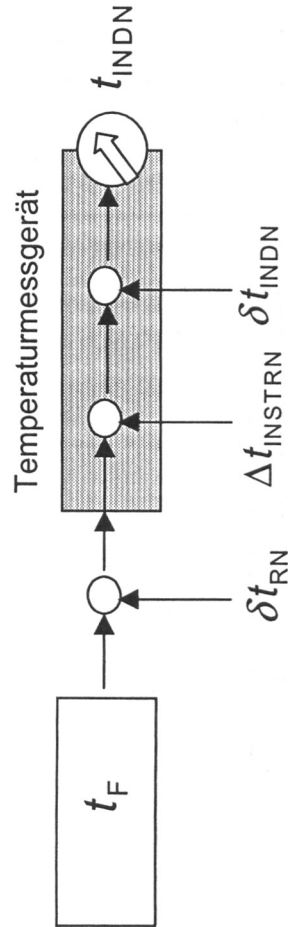


$$W = W_{IND1} - \delta W_{CPL} - \delta W_E - \delta W_P - \delta W_{IND}$$

Bild 20: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für die Anzeigen der Wägwerte von Gewichtstücken und Prüfflüssigkeit mit Hilfe der Anzeige des Komparators

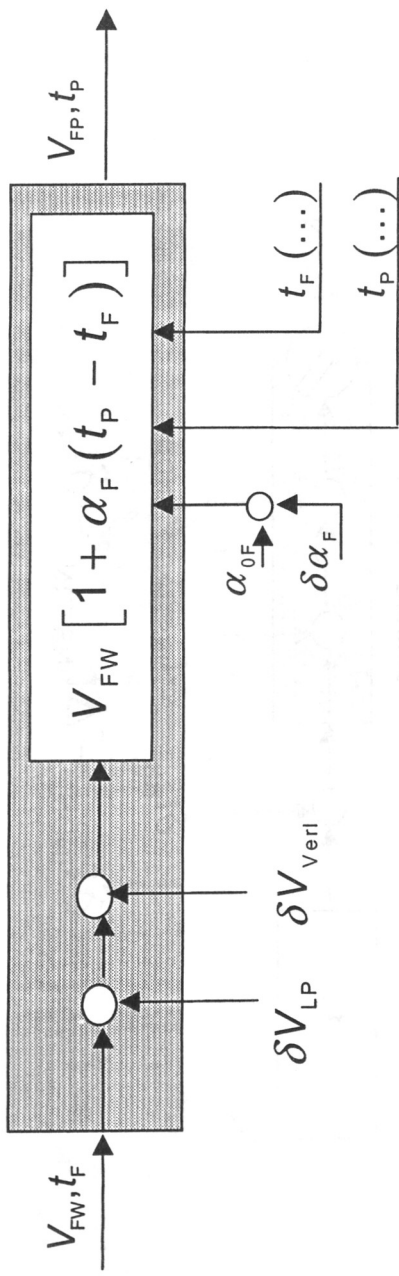


$$V_{FW}, t_F = W_F^* \frac{[(\rho_{0G} + \delta\rho_G) - (\rho_{0L} + \delta\rho_L)]}{(\rho_{0G} + \delta\rho_G) [(\rho_{0F} + \delta\rho_F) - (\rho_{0L} + \delta\rho_L)]}$$

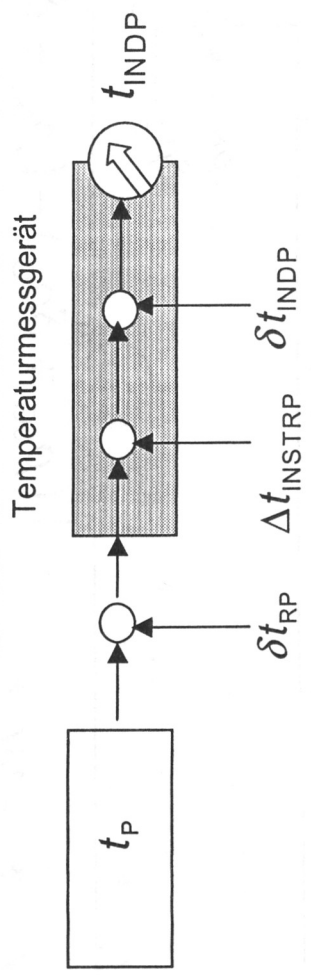


$$t_N = t_{INDN} - \delta t_{INDN} - \Delta t_{INSTRN} - \delta t_{RN}$$

Bild 21: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für den Vergleich der Wägwerte, der Umrechnung in ein Flüssigkeitsvolumen sowie der Temperaturmessung an den Gewichtstücken.

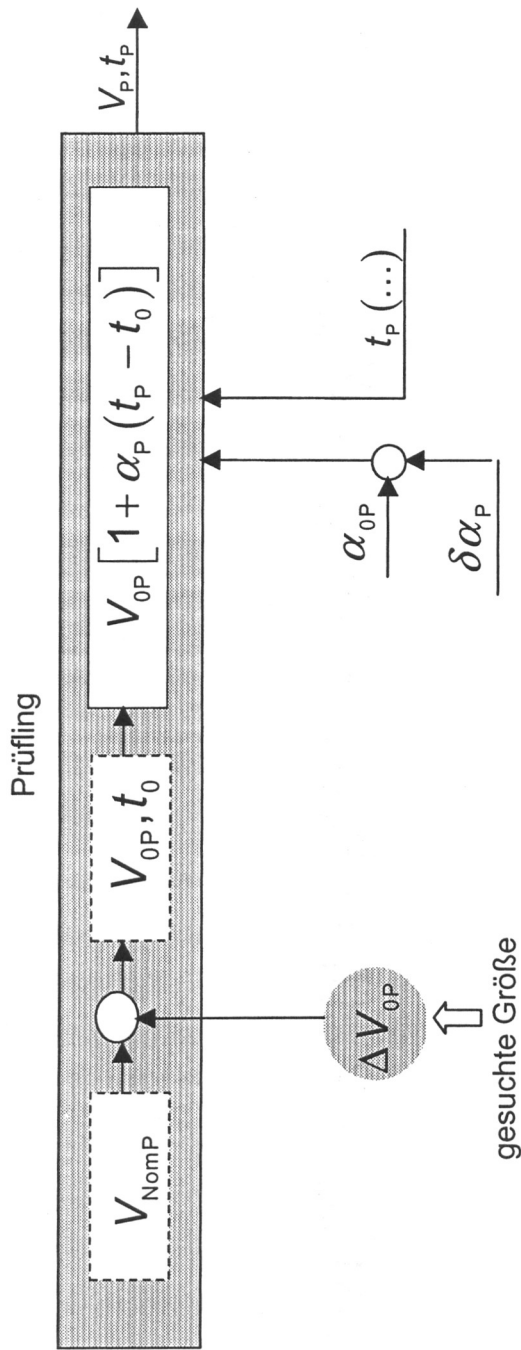


$$V_{FP}(t_P) = (V_{FW}(t_F) + \delta V_{LP} + \delta V_{Verl}) [1 + (\alpha_{0F} + \delta\alpha_F)(t_P - t_F)]$$



$$t_P = t_{INDP} - \delta t_{INDP} - \Delta t_{INSTRP} - \delta t_{RTP}$$

Bild 22: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für die Volumenverhältnisse im Prüfling sowie der Temperaturmessung im Prüfling

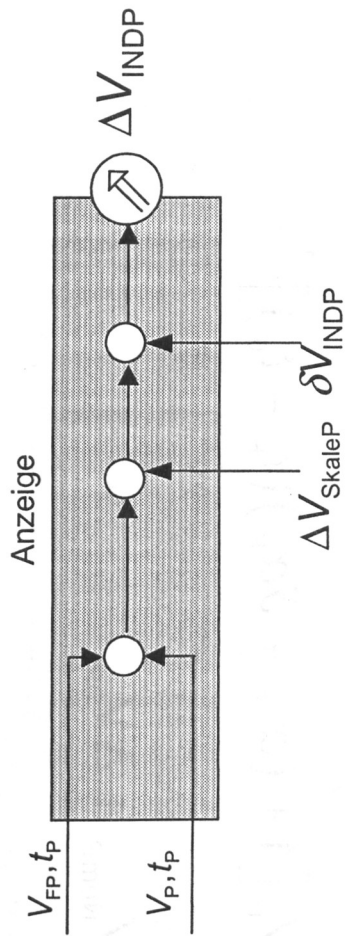


$$V_{0P} = V_P [1 + (\alpha_{0P} + \delta \alpha_P) (t_P - t_0)]^{-1}$$

$$V_{0P} = V_{\text{NomP}} + \Delta V_{0P}$$

Bild 23: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für das Behältervolumen des Prüflings





$$\Delta V_{\text{INDP}} = V_{\text{FP}}(t_P) - V_P(t_P) + \Delta V_{\text{SkaleP}} + \delta V_{\text{INDP}}$$

Bild 24: Modell des Ursache-Wirkung-Zusammenhangs für den Vergleich des Flüssigkeitsstandes mit Hilfe der Skale des Prüfings

