



imeter V.4.20 rev.4

automatischer Bericht, imeter/MSB, Augsburg am 14.06.11

ID N° 10763 - Massebestimmung

ausgeführt am Dienstag, 14 Juni 2011, von M. Breitwieser

Titel: Silizium
Bemerkung: 3min He Spülung

Bericht

• Beiträge aus dem Messprogramm

I. Zusammenfassung

Probenbezeichnung: Silizium
Bemerkung: ohne besondere Vorbereitung.
Messgas: Helium
Messtemperatur: 24,5 °C
Reindichte: 2,328[g/cm³], $u_c = 0,001$ [g/cm³] (Angaben des Prüfers)

| Y | Symbol | Unit | $\gamma(x)$ | $u_c(y)$ | $u_c(y)rel.$ | $U_{0,95}$ | $U_{0,99}$ |
|-------------------|--------------------|-------------------|-------------|----------|--------------|------------|------------|
| Probenvolumen | V_{Probe} | cm ³ | 4,0720 | 0,0046 | 0,11% | 0,0093 | 0,0123 |
| Masse | m_{Probe} | g | 9,47717 | 0,00012 | 0,0012% | 0,00023 | 0,00030 |
| Dichte (24,5°C) | ρ_{Probe} | g/cm ³ | 2,3274 | 0,0026 | 0,11% | 0,0065 | 0,0098 |
| Schüttdichte | $\rho_{Schütt}$ | g/cm ³ | 0,882 | 0,013 | 1,5% | 0,041 | 0,075 |
| geschl. Porosität | Φ_x | % | 0,0 | 0,12 | 12% | 0,24 | 0,31 |
| Gesamtporosität | ϵ_{total} | % | 62,1 | 0,55 | 0,89% | 1,08 | 1,41 |
| Offene Porosität | ϵ_x | % | 62,1 | 0,60 | 0,97% | | |

Die Tabelle listet die ermittelten Messgrößen (Y) auf. $\gamma(x)$ gibt den Wert, $u_c(y)rel.$, $u_c(y)$ die relative und absolute kombinierte Standardmessunsicherheit, $U_{0,95}$ und $U_{0,99}$ die erweiterten Standardmessunsicherheiten für die Überdeckungswahrscheinlichkeit von 95% und 99%.

II. Volumen, Masse, Dichte per Pykno(I)METER-Methode

Verfahrensprinzip: Volumenbestimmung durch "Raumverdrängung einer abgewogenen Probenmenge". Durch das ermittelte Probenvolumen wird mit dem Wägewert die Masse bestimmt. Das Verhältnis von Masse zu Volumen ergibt die Dichte. Falls die Reindichte des Probenmaterials angegeben wird, kann der Porenanteil berechnet werden und sofern das Schüttvolumen angegeben wird, kann zusätzlich noch die Schüttdichte bestimmt werden.

Das hier realisierte Verfahren setzt zur Messung die IMETER Unterdruck-Methode ein: Ausgehend von Normaldruck wird das Volumen um einen genau definierten Betrag $V_{Ref.}$ vergrößert, wodurch der Druck in der Messkammer sinkt. Aus dem Verhältnis der Drücke p_0 beim Ausgangsvolumen und p_1 nach Volumenvergrößerung (Druckreduzierung), ergibt sich das frei zugängliche Volumen V im Messkammer gemäß:

$$V = V_{Ref.} / ((p_0/p_1) - 1)$$

$$\text{bzw. } V = V_{Ref.} / (((p_0 \cdot T_1) / (p_1 \cdot T_0)) - 1) \quad \text{bzw. } V = V_{Ref.} / ((\rho_{L0}/\rho_{L1}) - 1)$$

Es werden drei Berechnungsvarianten ausgeführt: 1. über das ideale Gasgesetz gemäß Boyle-Mariotte mit ($p \cdot V = \text{Const.}$), 2. unter Berücksichtigung der Temperatur ($p \cdot V/T = \text{Const.}$) sowie 3. über den für feuchte Luft gegebenen Zusammenhang von Luftdruck (p), Luftfeuchte ($r.H.$) und Lufttemperatur (T) woraus sich die Luftdichte (ρ_L) berechnen lässt. -- Welche Variante bessere Ergebnisse liefert, hängt von der konkreten Handhabung der Methode in Punkto Druckverhältnisse, Messgeschwindigkeit und ggf. der Verwendung eines Messgases ab.

Durch Messung der leeren Kammer, der mit Probe beschickten sowie der Kamer mit Kalibriervolumen wird das Probenvolumen genau berechenbar.

Bei dem normalerweise relativ geringen Unterdruck der Messung ist kaum mit Adsorptions/Desorptionseffekten zu rechnen ist. Zu den methodischen Feinheiten gehört, dass alle Messungen (Leer-/Probe-/Kalibriermessung) unter vergleichbaren Druck- und Druckänderungsbedingungen ablaufen, wodurch unbekannt und bekannte systemische Einflüsse (z.B. Linearität der Druckmessung, Elastizität der Bauteile etc.) unterdrückt werden. Zusätzlich wird das Kalibriervolumen an das Probenvolumen angepasst.

III. Mess- und Metadaten

Bestimmung des Leervolumens

Die Tabelle listet die Rohdaten der Messung auf, p ist der Druck, T die Temperatur, $r.H.$ die Luftfeuchte (gemessen im I-SIF-Sensorpack). Aus diesen Daten kann die Luftdichte ρ_L berechnet werden. $V_{0,p}$ gibt das auf Basis der Druckänderung berechnete Leervolumen wider.

x.1. Referenzwert (Atmosphäre) x.2 nach Volumenänderung (Unterdruck)

| Nr. | p[kPa] | T[°C] | r.H.[%] | ρ_L [kg/m ³] | V _{0,p} [cm ³] |
|-----|--------|--------|---------|-------------------------------|-------------------------------------|
| 1.1 | 96,070 | 23,951 | 21,88 | 1,123940 | --- |
| .2 | 74,190 | 23,934 | 21,31 | 0,86743 | 16,9538 |
| 2.1 | 96,037 | 23,942 | 21,04 | 1,123700 | --- |
| .2 | 74,167 | 23,964 | 20,74 | 0,867142 | 16,9563 |
| 3.1 | 96,009 | 23,968 | 20,47 | 1,123344 | --- |
| .2 | 74,147 | 23,936 | 20,33 | 0,867048 | 16,9580 |
| 4.1 | 95,980 | 23,936 | 20,04 | 1,123186 | --- |
| .2 | 74,127 | 23,946 | 20,01 | 0,866826 | 16,9604 |
| 5.1 | 95,949 | 23,951 | 19,70 | 1,122809 | --- |
| .2 | 74,101 | 23,957 | 19,74 | 0,866523 | 16,9583 |

Durch die reversible Volumenvergrößerung per Kolbenpumpe um 5,0000[cm³] mit der relativen Pumpgeschwindigkeit 100,0[%] werden durch Relation zum Ausgangszustand (je nach Berechnungsart) die folgenden Leervolumina ermittelt:

V_{0,p}: 16,9574 ±0,0024[cm³] (0,014[%])
V_{0,pT}: 16,9579[cm³]
V_{0,rhoL}: 16,9069[cm³]

<Indices: "p" bedeutet Berechnungsvariante 1, "pT" Variante 2 und "rhoL" Rechnung über die Luftdichte, Variante 3>

Messung: Volumen von Gefäß mit Probe

-- Rohdaten -- x.1 Atmosphäre x.2 Unterdruck

| Nr. | p[kPa] | T[°C] | r.H.[%] | ρ_L [kg/m ³] | V _{1,p} [cm ³] |
|-----|--------|--------|---------|-------------------------------|-------------------------------------|
| 1.1 | 96,237 | 23,952 | 21,95 | 1,125885 | --- |
| .2 | 74,330 | 23,948 | 21,96 | 0,868942 | 12,8482 |
| 2.1 | 96,198 | 23,952 | 21,69 | 1,125463 | --- |
| .2 | 74,300 | 23,950 | 21,77 | 0,868609 | 12,8483 |
| 3.1 | 96,158 | 23,957 | 21,47 | 1,125003 | --- |
| .2 | 74,270 | 23,953 | 21,61 | 0,86827 | 12,8490 |
| 4.1 | 96,117 | 23,947 | 21,28 | 1,124586 | --- |
| .2 | 74,238 | 23,943 | 21,46 | 0,867945 | 12,8487 |
| 5.1 | 96,074 | 23,950 | 21,11 | 1,124092 | --- |
| .2 | 74,205 | 23,942 | 21,32 | 0,86758 | 12,8489 |

Durch die Volumenvergrößerung um 3,7867[cm³] mit der relativen Pumpgeschwindigkeit 75,8[%] werden je nach Berechnungsart die folgenden freien Volumen im Messraum ermittelt:

V_{1,p}: 12,8486 ±0,0003[cm³] (2,7E-3[%])
V_{1,pT}: 12,8494[cm³]
V_{1,rhoL}: 12,8064[cm³]

Messung: Volumen von Gefäß mit Kalibriervolumen

-- Rohdaten -- x.1 Atmosphäre x.2 Unterdruck

| Nr. | p[kPa] | T[°C] | r.H.[%] | ρ_L [kg/m ³] | V _{2,p} [cm ³] |
|-----|--------|--------|---------|-------------------------------|-------------------------------------|
| 1.1 | 96,329 | 23,971 | 21,46 | 1,126954 | --- |
| .2 | 74,341 | 23,966 | 20,98 | 0,869146 | 12,7182 |
| 2.1 | 96,262 | 23,974 | 20,99 | 1,126219 | --- |
| .2 | 74,299 | 23,962 | 20,68 | 0,868705 | 12,7255 |
| 3.1 | 96,214 | 23,972 | 20,64 | 1,125710 | --- |
| .2 | 74,263 | 23,968 | 20,45 | 0,868295 | 12,7263 |
| 4.1 | 96,167 | 23,932 | 20,37 | 1,125353 | --- |
| .2 | 74,235 | 23,956 | 20,24 | 0,868031 | 12,7325 |
| 5.1 | 96,128 | 23,957 | 20,14 | 1,124827 | --- |
| .2 | 74,203 | 23,964 | 20,06 | 0,867655 | 12,7311 |

Zur Kalibrierung werden 8 Kugeln á 0,5241cm³ bei der Temperatur 24,47[°C] eingesetzt. Das Gesamtkalibriervolumen beträgt temperaturkorrigiert 4,1927cm³.

Durch die Volumenvergrößerung um 3,7617[cm³] mit der relativen Pumpgeschwindigkeit von 75,3[%] werden je nach Berechnungsart die angegebenen freien Räume in Messkammer mit Kalibriervolumen ermittelt:

V_{2,p}: 12,7267 ±0,0056[cm³] (0,044[%])
V_{2,pT}: 12,7264[cm³]
V_{2,rhoL}: 12,6882[cm³]

- Diagnostische Daten -

In der Tabelle bedeuten: p° linear berechneter Druck zum Zeitpunkt des Minimaldruckes, pa: Druckmesswert tx Sekunden nach dem Minimum, $\Delta p/\Delta t$: die Druckänderung bei tx, pmin: Minimaldruck, pRef: der Referenzdruck unmittelbar vor dem Pumpvorgang. Wichtig ist $\Delta p/\Delta t$ - ein Wert größer als 4,5Pa/s deutet auf Undichtigkeit hin - oder, dass ein Material mit hohem Dampfdruck gemessen wird.

| Zeit[min] | p°[kPa] | pa[kPa] | tx[s] | $\Delta p/\Delta t$ [Pa/s] | pmin[kPa] | pRef[kPa] |
|-----------|---------|---------|-------|----------------------------|-----------|-----------|
| 10,2 | 74,1949 | 74,198 | 11,23 | 0,2723 | 74,190 | 96,070 |

| | | | | | | |
|------|---------|--------|-------|--------|--------|--------|
| 11,0 | 74,1649 | 74,177 | 11,20 | 1,077 | 74,167 | 96,037 |
| 11,7 | 74,1500 | 74,155 | 10,98 | 0,4581 | 74,147 | 96,009 |
| 12,5 | 74,1278 | 74,134 | 11,20 | 0,5532 | 74,127 | 95,980 |
| 13,3 | 74,1028 | 74,109 | 11,26 | 0,5513 | 74,101 | 95,949 |
| 23,4 | 69,3411 | 69,347 | 11,06 | 0,5331 | 69,338 | 96,330 |
| 24,6 | 74,3380 | 74,346 | 11,17 | 0,7139 | 74,330 | 96,237 |
| 25,4 | 74,3090 | 74,315 | 11,12 | 0,5436 | 74,300 | 96,198 |
| 26,1 | 74,2748 | 74,285 | 12,54 | 0,8153 | 74,270 | 96,158 |
| 26,9 | 74,2520 | 74,252 | 11,20 | 0,000 | 74,238 | 96,117 |
| 27,6 | 74,2123 | 74,218 | 12,65 | 0,451 | 74,205 | 96,074 |
| 36,9 | 74,3459 | 74,349 | 11,17 | 0,2765 | 74,341 | 96,329 |
| 37,7 | 74,3110 | 74,311 | 10,96 | 0,000 | 74,299 | 96,262 |
| 38,4 | 74,2661 | 74,277 | 12,39 | 0,8813 | 74,263 | 96,214 |
| 39,2 | 74,2410 | 74,244 | 11,09 | 0,2723 | 74,235 | 96,167 |
| 39,9 | 74,2112 | 74,214 | 10,98 | 0,2567 | 74,203 | 96,128 |

V(pmin): Volumenberechnung nach Variante 1: Vpmin(pT) Volumenberechnung Variante 2, V(p°T): Volumenberechnung Variante 2 jedoch mit berechnetem Druck, Vp,pmin: Volumenberechnung Variante 3, ΔpRef - pmin: Messdruckunterschiede, pRef / pmin: die entscheidende Relation der Berechnung nach Variante 1.

| V(pmin) | Vpmin(pT) | V(p°T) | Vp,pmin | ΔpRef - pmin | pRef / pmin |
|---------|-----------|--------|---------|--------------|-------------|
| 16,954 | 16,958 | 16,963 | 16,908 | 21,880 | 1,29492 |
| 16,956 | 16,951 | 16,949 | 16,900 | 21,870 | 1,29488 |
| 16,958 | 16,966 | 16,969 | 16,915 | 21,862 | 1,29485 |
| 16,960 | 16,958 | 16,959 | 16,906 | 21,853 | 1,29480 |
| 16,958 | 16,957 | 16,959 | 16,905 | 21,848 | 1,29484 |
| 12,844 | 12,846 | 12,848 | 12,801 | 26,992 | 1,38928 |
| 12,848 | 12,849 | 12,855 | 12,806 | 21,907 | 1,29473 |
| 12,848 | 12,849 | 12,856 | 12,806 | 21,898 | 1,29472 |
| 12,849 | 12,850 | 12,853 | 12,807 | 21,888 | 1,29471 |
| 12,849 | 12,849 | 12,860 | 12,806 | 21,879 | 1,29471 |
| 12,849 | 12,850 | 12,856 | 12,807 | 21,869 | 1,29471 |
| 12,718 | 12,719 | 12,723 | 12,682 | 21,988 | 1,29577 |
| 12,726 | 12,728 | 12,737 | 12,690 | 21,963 | 1,29560 |
| 12,726 | 12,727 | 12,729 | 12,689 | 21,951 | 1,29558 |
| 12,733 | 12,728 | 12,733 | 12,689 | 21,932 | 1,29544 |
| 12,731 | 12,730 | 12,736 | 12,691 | 21,925 | 1,29547 |

(Proben-, Bad und Umgebungs-)Temperaturen in °C

Je nach Platzierung der Fühler gibt die folgende Tabelle entsprechende Temperaturmesswerte zu den Druckmessungen an (Standardaufbau: Sensor "Tb" im Temperierbad / im Messgefäß, "Ta" im I-SIF-Sensorblock, "T" Umgebung).

| Zeit | Bad- oder | | |
|------|-------------|----------------|------------------|
| | Probentemp. | Umgebungstemp. | Temp.Sensorblock |
| 10,2 | 24,46 | 22,931 | 23,934 |
| 11,0 | 24,46 | 22,829 | 23,964 |
| 11,7 | 24,45 | 22,890 | 23,936 |
| 12,5 | 24,46 | 22,995 | 23,946 |
| 13,3 | 24,46 | 22,950 | 23,957 |
| 23,4 | 24,46 | 22,966 | 23,937 |
| 24,6 | 24,46 | 23,051 | 23,948 |
| 25,4 | 24,47 | 23,239 | 23,950 |
| 26,1 | 24,47 | 22,971 | 23,953 |
| 26,9 | 24,47 | 22,855 | 23,943 |
| 27,6 | 24,47 | 22,917 | 23,942 |
| 36,9 | 24,48 | 22,931 | 23,966 |
| 37,7 | 24,48 | 22,991 | 23,962 |
| 38,4 | 24,48 | 23,309 | 23,968 |
| 39,2 | 24,49 | 22,992 | 23,956 |
| 39,9 | 24,49 | 23,135 | 23,964 |

Protokoll zur Probenwägung

Die Wägezelle wurde zur Probeneinwaage um 13:02:48 justiert. Die Temperatur an der Wägezelle beträgt 25,3[°C], die Luftdichte 1,11629[kg/m³]. Temperaturbedingte Korrektur 0,000[mg]. Wägeverfahren: 50 Ablesungen des Nullpunktes über 6,4[s] mit $\sigma=0,07$ [mg] und 50 Ablesungen des Probengewichts über 6,6[s] hinweg mit $\sigma=0,08$ [mg]. Der Fehler nach Gauss'scher Fehlerfortpflanzung über alle unter IV.2. aufgeführten Parameter ist 0,20[mg].

Einwaage Silizium: 9,4740[g]

Informativ - Volumen / Dichte - je nach Berechnungsart

Je nach Berechnungsart werden die folgende Ergebnisse erhalten (Volumen, Faktor k_c , Dichte):

| | | | |
|----------|------------|----------|------------------------|
| p: | 4,072[cm³] | 0,991044 | => 2,327[g/cm³] |
| p und T: | 4,071[cm³] | 0,990826 | => 2,328[g/cm³] |
| rhoL: | 4,075[cm³] | 0,993844 | => 2,326[g/cm³] |

IV. Ergebnisse und Messunsicherheiten

1. Volumen

Nach Auswertungsvariante 1 und unter der Voraussetzung isothermer Messbedingungen. Das Probenvolumen V_{Probe} ergibt sich aus dem gemessenen Volumen V_E mit dem Kalibrierfaktor k_c analog DIN ISO 1183-3 zu:

$$V_{Probe} = V_E \cdot k_c$$

Dabei ist k_c als Verhältnis von *wahrem* zu gemessenem Kalibriervolumen definiert ($k_c = V_{cal.}/(V_0 - V_2)$). Das Modell der Auswertung folgt diesem Ansatz:

$$V_{Probe} = (V_0 - V_1 + \delta V) \cdot V_{cal.} / (V_0 - V_2 + \delta V)$$

Die Eingangsgrößen mit ihren beigeordneten Standardmessunsicherheiten $u(x_i)$ werden wie folgt angegeben:

- $u(V_0)$, $u(V_1)$ und $u(V_2)$: werden gemäß Ermittlungsmethode A aus den Standardmessunsicherheit der erfolgten Bestimmungen zu V_0 , V_1 und V_2 ermittelt.

- $u(V_{cal.})$: aus vorangegangenen Messungen ermittelte Unsicherheit eines Kalibrierkörpers ($u(V_{kk}) = 0,0004[\text{cm}^3]$) wird die Unsicherheit des gesamten Kalibriervolumens $V_{cal.}$ ($V_{cal.} = n \cdot V_{kk}$) als korrelierte Eingangsgröße bestimmt ($r(n, V_{cal.}) = 1$).

- Für $n=8$ Kalibrierkörper mit $u(V_{cal.}) = n \cdot u(V_{kk}) = 0,0032\text{cm}^3$.

- $u(\delta V)$: der Unsicherheitsbeitrag durch Öffnen/Schließen der Messkammer. Bestimmungsmethode B, Rechteckverteilung, die Halbbreite der Grenzen beträgt $0,005[\text{cm}^3]$.

| X_i | x_i | $u(x_i)$ | c_i | $c_i \cdot u(x_i) [\text{cm}^3]$ | v_i |
|-------------|---------|---|---------|----------------------------------|-----------------|
| $V_{0,p}$ | 16,9574 | 0,0011 | 0,0285 | 0,0000 | 4 |
| $V_{1,p}$ | 12,8486 | 0,0002 | 0,9910 | 0,0002 | 4 |
| $V_{2,p}$ | 12,7267 | 0,0025 | 0,9625 | 0,0024 | 4 |
| δV | 0 | 0,0029 | -0,8212 | -0,0024 | ∞ |
| $V_{cal.}$ | 4,1927 | 0,0032 | 0,9712 | 0,0031 | ∞ |
| V_{Probe} | 4,0720 | $u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$ | | 0,0046 | $v_{eff.} = 52$ |

Die kombinierte Standardmessunsicherheit beträgt absolut $0,0046[\text{cm}^3]$ bzw. relativ $0,11[\%]$.

Erweiterungsfaktoren $k_{0,95} = 2,01$, $k_{0,99} = 2,67$.

Probenvolumen: $V_{Probe} = 4,0720 \text{ cm}^3 \pm 0,0046 \text{ cm}^3$

2. Gewicht / Masse

Die Bestimmung der Standardmessunsicherheit der Einwaage (u_w) berücksichtigt folgende Unsicherheitsbeiträge:

- $u(w_0)$: Unsicherheit des Nullpunktes $= 0,01[\text{mg}]$ berücksichtigt die vorliegenden Bedingungen als Schwankung des Tarawertes vor der Einwaage (Typ A).

- $u(w_1)$: Unsicherheit der Wägung $= 0,01[\text{mg}]$ reflektiert die Schwankungen des Wägewertes bei der Einwaage (Typ A).

- $u(s)$: Reproduzierbarkeit $= 0,10[\text{mg}]$ ist eine Datenblattangabe als Standardabweichung (Typ B, Normalverteilung).

- $u(Lin)$: Linearitätsunsicherheit $= 0,06[\text{mg}]$ ist Präzisionsmaß der Waage nach Datenblatt - an den Wägebereich angepasst (Typ B, Rechteckverteilung, Halbbreite $0,10[\text{mg}]$).

- $u(TK)$: temperaturbedingte Abweichung $= 0,00[\text{mg}]$ - Durch den Temperaturunterschied zw. Kalibrierung und Messung wird der Temperaturkoeffizient wirksam, er beträgt 1 ppm/K . Die Temperaturabweichung wird korrigiert, aber zugleich als Unsicherheitsbetrag gewertet (Typ B, Normalverteilung).

- $u(m_{cal.})$: max. Kalibrierabweichung $= 0,01[\text{mg}]$ ist die Unsicherheit der Kalibrierung gemäß der Klasse des Justiergewichts: OIML Klasse E2 entspricht $1,5\text{ppm}$. (Typ B, Normalverteilung).

Es wird die Unterflurwägung angewendet, daher wird ein *Exzentrizitätsfehler* nicht gesetzt. Die Eingangsgrößen sind nicht korreliert, zudem gilt $\partial f / \partial X_i = c_i = 1$. Damit wird die kombinierte Standardmessunsicherheit der Wägung angegeben mit:

$$u_c(W) = \sqrt{u^2(s) + u^2(w_0) + u^2(w_1) + u^2(Lin) + u^2(TK) + u^2(m_{cal.})}$$

Die kombinierte Standardmessunsicherheit der Wägung beträgt $0,12[\text{mg}]$. Die Zahl der effektiven Freiheitsgrade ($v_{eff.}$) beträgt 349310 . Erweiterungsfaktoren $k_{0,95} = 1,96$, $k_{0,99} = 2,57$.

Probeneinwaage: $W_{Probe} = 9,47395 \text{ g} \pm 0,00012 \text{ g}$

Die Probenmasse m wird gemäß

$$m_{Probe}[\text{g}] = W_{Probe} \cdot (1 - \rho_{Luft} / \rho_{mcal.}) + V_{Probe} \cdot \rho_{Luft}$$

bestimmt. Mit $\rho_{Luft,r}$ der Luftdichte bei der Wägung ($1,1163 \cdot 10^{-3}[\text{g}/\text{cm}^3]$) und $\rho_{mcal.}$ der Dichte des Kalibriergewichts der Waage ($8,000[\text{g}/\text{cm}^3]$). Die Auswirkung der Unsicherheiten in den Angaben zu Volumen, Luft- und Kalibriergewichtsdichte auf die Masse werden für Dichte- und Porositätsberechnungen als nicht ergebnisrelevant erachtet. Die relative Messunsicherheit entspricht der Wägung.

Masse der Probe: $m_{Probe} = 9,47717 \text{ g} \pm 0,00012 \text{ g}$

3. Dichte

$$\rho_{Probe} = m_{Probe} / V_{Probe}$$

Die Messunsicherheit der Dichte wird aus den kombinierten Standardunsicherheiten der Masse- und Volumenbestimmung abgeleitet.

| X_i | x_i | $u(x_i)$ | c_i | $c_i \cdot u(x_i) [\text{g}/\text{cm}^3]$ | v_i |
|----------------|---------|---|---------|---|----------------|
| m_{Probe} | 9,47717 | 0,00012 | 0,24558 | 0,00003 | 349310 |
| V_{Probe} | 4,0720 | 0,0046 | -0,5716 | -0,0026 | 52 |
| ρ_{Probe} | 2,3274 | $u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$ | | 0,0026 | $v_{eff.} = 6$ |

Die kombinierte Standardmessunsicherheit beträgt $0,0026[\text{g}/\text{cm}^3]$.

Erweiterungsfaktoren $k_{0,95} = 2,45$, $k_{0,99} = 3,71$.

Die erweiterte Messunsicherheit U beträgt 0,0065[g/cm³]. Sie ist das Produkt der erweiterten Standardmessunsicherheit mit dem Erweiterungsfaktor $k=2,45$ und stellt bei Normalverteilung die Überdeckungswahrscheinlichkeit von 95% dar (U bei $k=2,45$, $P=95\%$).

Dichte von Silizium wird zu 2,3274 g/cm³ ± 0,0065 g/cm³ ermittelt, die relative Messunsicherheit beträgt ± 0,28%.

Das spezifische Gewicht bzw. die scheinbare Dichte - als Gewicht pro Volumen - ergibt sich mit gleicher relativer Messunsicherheit zu 2,3266 g/cm³.

3. Schüttdichte

$$\rho_{\text{Schütt}} = m_{\text{Probe}} / (V_{\text{Beh.}} - \delta V_{\text{Hauf}})$$

Die Messunsicherheit der Schüttdichte wird aus den kombinierten Standardunsicherheiten der Massebestimmung und der Grenzwertangabe zur Füllpräzision (Volumeneinstellung bzw. Ablesbarkeit) des Probenbehältnisses abgeleitet.

- $u(V_{\text{Beh.}})$ Bestimmungsmethode B, Rechteckverteilung, die Halbbreite der Grenzen beträgt 0,1[cm³]. Es wird $v_{V_{\text{Beh.}}} = 2$ aus der Annahme der 50%igen Verlässlichkeit bestimmt.

- $u(\delta V_{\text{Hauf}})$, der Beitrag, der Füllmengenschwankungen durch spezifische Haufwerkseigenschaften des Probenmaterials und der Befülltechnik zuzuordnen ist - Typ B, Rechteckverteilung, die Halbbreite der Grenzen beträgt 0,25.

Freiheitsgrade $v_{\delta V_{\text{Hauf}}} = 2$ aus der Annahme einer 50%igen Verlässlichkeit.

| X_i | x_i | $u(x_i)$ | c_i | $c_i \cdot u(x_i)$ [g/cm ³] | v_i |
|--------------------------|--------|---|----------------------------|---|--------------------|
| m_{Probe} | 9,4772 | 0,0001[g] | 0,093[1/cm ³] | 0,0000 | 349310 |
| $V_{\text{Beh.}}$ | 10,75 | 0,058[cm ³] | -0,082[g/cm ⁶] | -0,0048 | 2 |
| δV_{Hauf} | 0 | 0,145[cm ³] | 0,082[g/cm ⁶] | 0,0119 | 2 |
| $\rho_{\text{Schütt}}$ | 0,882 | $u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$ | | 0,013 | $v_{\text{eff}}=3$ |

Die kombinierte Standardmessunsicherheit beträgt 0,013[g/cm³]. Erweiterungsfaktoren $k_{0,95} = 3,18$, $k_{0,99} = 5,84$.

Die Schüttdichte von Silizium wird zu 0,882 g/cm³ ± 0,013 g/cm³ ermittelt, die relative Messunsicherheit beträgt ± 1,5%.

4. Porosität

4.A. geschlossene Porosität

$$\Phi_x = (1 - \rho_{\text{Probe}} / \rho_0) \cdot 100\%$$

Die Messunsicherheit des Volumenanteils mit geschlossenen Poren wird aus der kombinierten Standardunsicherheit der Dichtebestimmung und der Grenzwertangabe zur Unsicherheit der Reindichte dargestellt.

- $u(\rho_0)$ Unsicherheit der Reindichteangabe 0,001[g/cm³], durch den Prüfer als Standardabweichung angegeben (Typ B, Normalverteilung).

| X_i | x_i | $u(x_i)$ | c_i | $c_i \cdot u(x_i)$ [%] | v_i |
|-----------------------|--------|---|------------------------------|------------------------|---------------------------|
| ρ_{Probe} | 2,3274 | 0,0026[g/cm ³] | -42,9553[cm ³ /g] | -0,1131 | 6 |
| ρ_0 | 2,328 | 0,001[g/cm ³] | 42,9443[cm ³ /g] | 0,0429 | ∞ |
| Φ_x | 0,0000 | $u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$ | | 0,121 | $v_{\text{eff}}=26742068$ |

Die kombinierte Standardmessunsicherheit beträgt 0,121[%]. Erweiterungsfaktoren $k_{0,95} = 1,96$, $k_{0,99} = 2,57$.

Der Anteil unzugänglicher Hohlräume von Silizium wird zu 0,00 % ± 0,12 % ermittelt.

4.B. Gesamt- oder Schüttporosität

$$\epsilon_{\text{total}} = (1 - \rho_{\text{Schütt}} / \rho_0) \cdot 100\%$$

Die Messunsicherheit der Gesamtporosität wird aus der kombinierten Standardunsicherheit der Schüttdichtebestimmung und der Grenzwertangabe zur Unsicherheit der Reindichte dargestellt.

| X_i | x_i | $u(x_i)$ | c_i | $c_i \cdot u(x_i)$ [%] | v_i |
|------------------------|--------|---|------------------------------|------------------------|---------------------------|
| $\rho_{\text{Schütt}}$ | 0,882 | 0,013[g/cm ³] | -42,9553[cm ³ /g] | -0,550 | 3 |
| ρ_0 | 2,328 | 0,001[g/cm ³] | 16,274[cm ³ /g] | 0,016 | ∞ |
| Φ_x | 62,100 | $u(y) = \sqrt{(\sum c_i \cdot u(x_i))^2} =$ | | 0,550 | $v_{\text{eff}}=10231735$ |

Die kombinierte Standardmessunsicherheit beträgt 0,55[%]. Erweiterungsfaktoren $k_{0,95} = 1,96$, $k_{0,99} = 2,57$.

Die Gesamtporosität von Silizium wird zu 62,10 % ± 0,55 % ermittelt.

4.C Offene Porosität

$$\epsilon_z = \epsilon_{\text{total}} - \Phi_x$$

Die Messunsicherheit der offenen Porosität wird aus den kombinierten Standardunsicherheiten von Schüttporosität und geschlossener Porosität bestimmt.

Mit $\partial f / \partial X_i = c_i = 1$ ergibt sich die kombinierte Standardmessunsicherheit gemäß

$$u_c(\epsilon_z) = \sqrt{u^2(\epsilon_{\text{total}}) + u^2(\Phi_x)}$$

Die offene Porosität wird zu 62,10 % ± 0,60 % ermittelt.

Anmerkungen

JCGM 100:2008 (GUM) fordert ein Modell für die Auswertung anzuwenden, das alle eingehenden Größen behandelt. In den aus Volumen, Masse, Schüttvolumen abgeleiteten Größen wird jedoch die kombinierte Standardmessunsicherheit als äquivalent der

jeweiligen Standardmessunsicherheit unter Übertrag der effektiven Freiheitsgrade eingesetzt. Die formal vollständige Fassung mag geringfügige Unterschiede ergeben, rechtfertigt nach unserer Meinung nicht die dazu entstehende Länge der Abhandlung. Die Ergebnisrundung konnte noch nicht automatisiert werden. Es werden mehr Stellen ausgegeben, um keine Rundungsfehler zu begehen. Die Zahl der effektiven Freiheitsgrade (v_{eff}) wird, wo nicht anders benannt, nach der Welch-Satterthwaite-Formel berechnet und angegeben. Die dementsprechenden Auswirkung auf den Wert des Erweiterungsfaktors k zur Intervallangabe der Überdeckungswahrscheinlichkeit von 95% und 99% wird als $k_{0,95}$ bzw. $k_{0,99}$ angegeben. Die Interpretation bzw. Bestimmung der Freiheitsgrade bei der Angabe für die Wägungen - als unabhängige Einzelinformation - ist nicht unstrittig. Dieser automatisierte Bericht formatiert Stellenangaben (Anzahl der Nachkommastellen) nicht immer korrekt. Die intern 16-stelligen Berechnungen können außerdem zu Rundungseffekten führen.

Programmausführung & Audit-Trail

Für diese Messung wurde das Messprogramm "**PyknoIMETER-V6, 13.06.11, 114903**", Typ 12/58, ausgeführt. Zeitraum der Messung, am 14.06.11 zwischen 12:47:05 und 13:29:43, Laufzeit 42,6 Minuten. Die Messung wurde programmgemäß ausgeführt. Der Gesamtbericht wurde erstmals am 14.06.11 um 13:30 zur Ansicht gebracht. Die Originaldaten sind unverändert.

Unter dem Eintrag 10763 ist der Datensatz in der Datenbank '**imeterData24**' wieder auffindbar.

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde zuletzt um 13:02, während dieser Messung justiert. Die letzte vollständige Prüfung der Positioniervorrichtung von **imeter** (ID16405542) erfolgte am 13.10.10. Systemdaten: Auflösung des Wägesystems 0,1mg, Messunsicherheit^{*)} 0,2mg, Dichte der Justiermasse^{*)} 8,000 g/cm³, Luftdichte^{*)} 1,116507kg/m³; Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769m/sec² für die Fallbeschleunigung^{*)}. Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit ±0,0015[K], R° 100,079064[Ohm], AutoCal 7,5[min] (BN°3, -10/50°C, 7S, FS0, Offset: 2,43). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01K, die Unsicherheit^{*)} 0,03K. Akquisitions-Softwareversion imeter 5.6.26, LizenzN° *3037-4759*, Windows 6.0- Betriebssystem auf PC Ser.N°609650943 (C,).

^{*)}: Die gekennzeichneten Angaben der Systemdaten können nachträglich angepasst werden - etwa um individuelle Messunsicherheiten durch den Messaufbau wirksam werden zu lassen. Änderungen auch an diesen Daten werden im Audit-Log protokolliert und können zurückgenommen werden.

eine Justierung der Wägezelle während der Messung:

Zeit: 15,7 [min] Korrektur: -0,0011 [g]

Die während der Messung automatisch ausgeführten Wägezellen-Justierungen sind mit relativem End-Zeitpunkt und korrigierter Abweichung oberhalb dokumentiert (die kompletten Kalibrier- und Justierprotokolle sind in der Datei 'imeterData24.cal' gesondert gespeichert).

Bericht erstellt von M. Breitwieser