ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

МИКРОСКОПИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРОВ ЧАСТИЦ

ГОСТ 23402—78

Издание официальное

Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Э. В. Митай*
Корректор *М. М. Герасименко*

Сдано в наб. 03.01.86 Подп. в печ. 25.02.86 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,82 уч.-изд. л.
Тираж 10 000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 226.

УДК 669—492.2 : 531.7 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Микроскопический метод определения размеров частиц.

Metal powders. Microscopic method of particle size determination

ГОСТ 23402—78*

ОКСТУ 1790

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 декабря 1978 г. № 3410 срок введения установлен с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 30.11.84 № 4063 срок действия продлен до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает микроскопический метод определения размеров частиц металлических порошков от 1 до 100 мкм при сферической или полиэдрической форме частиц.

Измерение и подсчет количества частиц проводят под оптическим микроскопом визуально или автоматически.

За размер частицы принимают при визуальном измерении максимальную хорду частицы в горизонтальном или вертикальном направлениях; при автоматическом измерении — хорду частицы в горизонтальном направлении.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

1.1. Пробу для испытаний массой 5—7 г отбирают по ГОСТ 23148—78.

1.2. Приготовление препарата производится двумя методами:

из сухого порошка;

с использованием суспензии порошка в диспергирующей жидкости.

1.3. Готовят препарат из сухого порошка: пробу для испытаний массой 5—7 г тщательно перемешивают на стеклянной плитке, рассыпают полосой длиной 7—8 см и разделяют на 7 или 8 приблизительно равных частей. Четные части отбрасывают, а нечетные смс-

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

* Переиздание (январь 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1985 г. (ИУС 3—85).

© Издательство стандартов, 1986

шивают и повторно сокращают таким же образом. Повторяют до получения пробы массой 0,5—1 г. Затем переносят на кончике стеклянной палочки небольшое количество порошка на предметное стекло, добавляют 1—2 капли диспергирующей жидкости, распределяют равномерно смесь палочкой по стеклу, накладывают покровное стекло и надавливают на него осторожно во избежание выхода больших частиц за пределы стекла. Избыток жидкости удаляют промокательной бумагой.

Если перед сокращением пробы для испытаний порошок необходимо дезагломерировать, то способ дезагломерирования указывают в нормативно-технической документации на конкретный порошок.

1.4. Готовят препарат с использованием суспензии: пробу для испытаний массой 5—7 г помещают в кювету и добавляют диспергирующей жидкости столько, чтобы получался микроскопический препарат с количеством частиц в поле зрения по п. 1.5. Порошок и жидкость перемешивают и переносят пипеткой каплю суспензии на предметное стекло, накладывают покровное стекло и надавливают на него осторожно во избежание выхода больших частиц за пределы стекла.

1.5. Из пробы для испытаний готовят два препарата и сравнивают их под микроскопом. Если они совпадают, то измерение проводят на одном из них.

Считают, что приготовленные микроскопические препараты совпадают, если в поле зрения, ограниченном полем основного прямоугольника или круга, находится:

от 6 до 30 частиц при измерениях при непосредственном визуальном наблюдении микроскопического изображения;

не более 150 частиц при автоматическом измерении по микроскопическому изображению на матовом стекле или на экране проектора. При этом расстояние между частицами должно быть не меньше размера большей из соседствующих между собой частиц.

При несоблюдении этих условий приготовление микроскопического препарата повторяют.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2. АППАРАТУРА

При измерении используют проекционные или оптические микроскопы, позволяющие вести наблюдение в проходящем свете или при непосредственном наблюдении. Для измерения частиц размером 1 мкм требуется увеличение 1400×. Конструкция микроскопа, объективов и окуляров должна обеспечивать хорошее качество изображения. Измерения можно проводить по снимкам микроскопических изображений.

Увеличение микроскопа следует подбирать в зависимости от размеров измеряемых частиц, при этом оно не должно превышать 1000-кратную величину апертуры объектива. Применяемый при измерении конденсор должен иметь апертуру не меньшую, чем объектив, с которым он применяется. Для измерения частиц 1 мкм требуется увеличение 1400.

Окуляр с микрометрической шкалой.

Счетчик одиннадцатиклавишный (для подсчета лейкоцитарной формулы крови).

Линейка измерительная по ГОСТ 427—75.

Капельница по ГОСТ 25336—82 или пипетка медицинская.

Стекла предметные для микропрепаратов по ГОСТ 9284—75.

Стекла покровные для микропрепаратов по ГОСТ 6672—75.

Бумага промокательная по ГОСТ 6246—82 или фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556—81.

Диспергирующая жидкость должна соответствовать следующим требованиям:

не должна растворять частицы испытуемого порошка;

не должна вступать с ним в химическую реакцию;

не должна быть токсичной;

не должна ухудшать качество микроскопического изображения;

должна хорошо смачивать частицы порошка, предотвращая образование агломератов.

Примером диспергирующей жидкости может служить вода, содержащая 1—2% поверхностно-активных веществ, а также глицерин по ГОСТ 6259—75, парафиновое масло, иммерсионное (кедровое) масло по ГОСТ 13739—78. Для закрепления частиц при работе с иммерсионными объективами применяют пленкообразующий быстросохнущий 4%-ный раствор коллодия в амилацетате.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

3.1. Измерение размеров частиц проводят при непосредственном наблюдении микроскопического изображения, по микроскопическим снимкам: по изображению на экране проектора.

Интервал размеров частиц разбивают не менее чем 6 частей (классов). Частицы, размер которых соответствует нижнему пределу класса, относят к классу более мелкому.

3.2. Размеры частиц измеряют при непрерывном передвижении препарата или при наблюдении отдельных полей зрения. В первом случае препарат перемещают в одном направлении и считают все частицы в соответствии с п. 3.5. Отдельные поля зрения выбирают на препарате, перемещая его на величину, бо́льшую диагонали

прямоугольника или диаметра круга, ограничивающего поле зрения. Площадь, на которой проводят измерения и счет частиц, равна: при непрерывном передвижении препарата — длине линейки окуляра, умноженной на длину пути, пройденного препаратом от начала до конца процедуры измерения; при наблюдении отдельных полей зрения — сумме их площадей.

3.3. Если порошок содержит частицы в большом интервале размеров и это из-за недостаточной глубины резкости объектива микроскопа не позволяет получать резкое изображение одновременно всех частиц, то малые и большие частицы наблюдают и измеряют при разных увеличениях.

При малом увеличении учитывают только большие частицы, при большом увеличении — только малые частицы.

Результаты измерений при разных увеличениях соответственно пересчитывают в соответствии с п. 3.8. Все измерения проводят при трех увеличениях или менее.

3.4. Допускается, чтобы в поле зрения находилось не более 150 частиц. Расстояние между частицами должно быть не меньше размера большей из соседствующих между собой частиц.

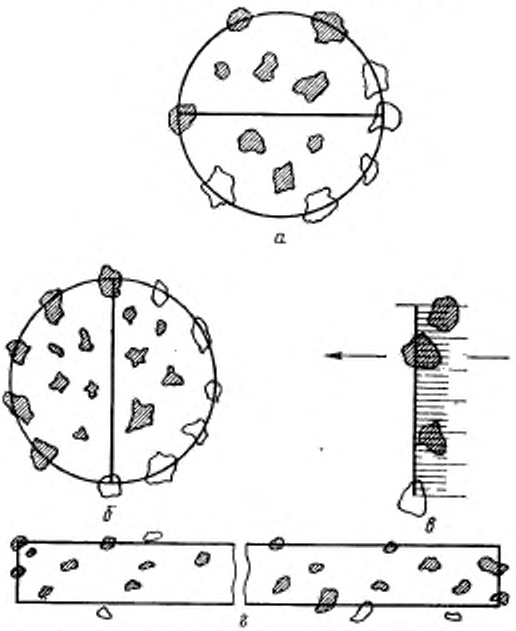
3.5. Измерения частиц проводят в поле зрения, ограниченном прямоугольником или кругом с нанесенным диаметром.

Частицу считают принадлежащей к рассматриваемому полю, если она находится на одной из половинок границ поля. Например, в случае прямоугольника учитывают частицы, находящиеся внутри его, на левой вертикальной и верхней горизонтальной сторонах, на пересечении этих сторон и на другом конце одной из них. Частицы, находящиеся на остальных сторонах и в углах, не учитывают. В случае круга учитывают все частицы, находящиеся внутри его, а также все частицы, находящиеся на одной полуокружности и на одном конце проведенного диаметра (см. черт. *а, б*).

При непрерывном передвижении микроскопического препарата измерительной линейкой служит вертикальная сторона прямоугольника или вертикальная линия микрометрической шкалы окуляра. Учитывают частицы, центры которых проходят через длину линейки, не пропуская ни одной. Не учитывают те частицы, центры которых проходят вне линейки, хотя частично они могут проходить через концевые точки линейки (см. черт. *в, г*).

3.6. Измерение частиц на отдельных полях зрения производят с помощью линейки на матовом стекле, на экране проектора или на микроскопических снимках. Линейку перед применением следует проградуировать с помощью объект-микрометра. Увеличение должно быть подобрано так, чтобы измеряемые изображения частиц имели размер не менее 1 мм. Измеряют максимальную хорду частиц в горизонтальном или вертикальном направлениях.

Схема учета частиц при измерениях



а, б—в отдельных полях зрения; *в, г*—при непрерывном перемещении препарата учитываются только заштрихованные частицы

3.7. Автоматическое измерение частиц на отдельных полях зрения проводят так же, как при использовании линейки (п. 3.6). В зависимости от типа применяемого счетного устройства измерения и счет могут быть проведены либо на микроскопических изображениях, либо на микроскопических снимках.

3.8. Количество измеренных частиц (при использовании одного увеличения) или расчетное количество измеренных частиц (при использовании двух или трех увеличений) должно быть не менее 625.

Под расчетным количеством частиц понимают количество частиц, отнесенное к одному выбранному увеличению и рассчитанное по формуле

$$N_{\text{рас}} = \sum_{i=1}^{l_6} N_{6i} + \sum_{i=1}^{l_{\text{ср}}} N_{\text{ср}i} \left(\frac{F_{\text{ср}}}{F_6} \right)^2 + \sum_{i=1}^{l_{\text{м}}} N_{\text{м}i} \left(\frac{F_{\text{м}}}{F_6} \right)^2,$$

(использовано три увеличения)

или

$$N_{\text{рас}} = \sum_{i=1}^{l_{\text{ср}}} N_{\text{ср}.i} + \sum_{i=1}^{l_{\text{м}}} N_{\text{м}i} \left(\frac{F_{\text{м}}}{F_{\text{б}}} \right)^2,$$

(использовано два увеличения)

где $N_{\text{рас}}$ — расчетное количество частиц;

$N_{\text{б}i}$ — количество частиц i-го класса, измеренных при большем увеличении;

$N_{\text{ср}i}$ — количество частиц i-го класса, измеренных при среднем увеличении;

$N_{\text{м}i}$ — количество частиц i-го класса, измеренных при малом увеличении;

$F_{\text{б}}$ — большое увеличение;

$F_{\text{ср}}$ — среднее увеличение;

$F_{\text{м}}$ — малое увеличение;

$l_{\text{б}}$, $l_{\text{ср}}$, $l_{\text{м}}$ — число классов, просмотренных при данном увеличении.

Число полей зрения, просмотренных при разных увеличениях, должно быть одинаковым. Если измерения частиц проводят при непрерывном передвижении препарата, то при разных увеличениях должны быть просмотрены одинаковые площади препарата.

3.9. Если результатом испытаний должно быть объемное (массовое) распределение частиц по размерам, то класс самых крупных частиц, составляющих не менее 5%, принимают за контрольный.

Количество измеренных частиц контрольного класса должно быть таким, как указано в таблице.

Содержание контрольного класса, %	Минимальное количество измеренных частиц
От 5 до 10	25
Свыше 10 » 15	50
» 15 » 24	75
» 24	100

Если после измерения 625 частиц число их в контрольном классе меньше, чем требуется по таблице, то следует на дополнительно выбранных полях зрения или на дополнительных площадях препарата провести дальнейшее измерение частиц с размерами только контрольного класса с тем, чтобы получить необходимое количество частиц.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Количественное распределение частиц по размерам полу-

чают относя количество измеренных частиц i-го класса к общему количеству измеренных частиц.

4.1.1. Общее количество измеренных частиц при использовании одного увеличения равно сумме всех измеренных частиц.

4.1.2. Общее количество измеренных частиц при использовании двух или трех увеличений равно расчетному количеству частиц (п. 3.8). Каждое произведение количества измеренных частиц i-го класса на поправочный коэффициент принимают за количество частиц i-го класса.

4.1.3. Средний размер частиц класса равен среднеарифметическому значению верхнего и нижнего пределов класса.

4.2. Объемное (массовое) распределение частиц по размерам получают, возводя в третью степень средний размер частиц класса и умножая результат на количество частиц в этом классе, относя полученное произведение к сумме произведений для всех классов (см. табл. 1 приложения).

Объемная доля отдельного класса равна его массовой доле, если частицы порошка имеют одинаковую плотность.

4.2.1. При измерении крупных частиц на дополнительных полях зрения в соответствии с п. 3.9 результаты анализа пересчитывают. Для этого количество частиц мелких классов умножают на поправочный коэффициент, равный отношению числа полей зрения, на которых были измерены частицы контрольного класса, к числу полей, на которых были измерены частицы других классов (см. табл. 2—5 приложения).

4.3. Погрешность измерения возникает из-за конечного количества измеренных частиц. Приведенные в дальнейшем формулы для вычисления этой погрешности справедливы при условии статистически случайной ориентации частиц в препарате.

Погрешность измерения не должна превышать 2% как в случае определения количественного, так и объемного (массового) распределения частиц по размерам.

В случае количественного распределения частиц по размерам погрешность измерения S_{P_i} вычисляют по формуле

$$S_{P_i} = \sqrt{P_i \frac{100 - P_i}{n_i}},$$

а в случае объемного распределения погрешность измерения (S_{q_i}) вычисляют по формуле

$$S_{q_i} = \frac{q_i \sqrt{2\left(1 - \frac{q_i}{100}\right)}}{100\sqrt{n_i}};$$

где P_i — количественная доля частиц i-го класса;

q_i — объемная (массовая) доля частиц i-го класса, %;

n_i — количество измеренных частиц i-го класса.

Погрешность измерения количественного распределения при подсчете 625 частиц всегда менее 2%.

В случае определения масс объемного (массового) распределения частиц по размерам следует для каждого класса величин частиц вычислить погрешность измерения по формуле, независимо от количества просчитанных частиц.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4. Результаты испытаний оформляют в виде протокола, который должен содержать следующие данные:

наименование порошка;

результаты испытаний с указанием, в каких процентах они выражены;

указания, были ли в порошке частицы менее 1 мкм.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

Гранулометрический состав порошка, определенный микроскопическим методом при трех увеличениях и наблюдении отдельных полей зрения на микрофотографиях (измерена линейкой максимальная хорда частиц, параллельная одной из сторон снимка)

Таблица 1

Увеличение	Класс измеренных частиц		Количество частиц, измеренных на отдельных полях	Расчетное количество частиц на отдельных полях	Суммарное количество частиц при данном увеличении	Средний размер частиц класса, мкм	Количественная доля частиц класса, %	Суммарный процент классов, %
	мкм	в делениях линейки, мм						
1400×	1,0—1,4	1,5—2,0	0,0,0 0,0,0	0	686	1,2	0	0
	1,4—2,0	2,0—3,0	4,5,7 3,6,4	$29\left(\frac{1400}{600}\right)^2=158$		1,7	3,6	3,6
	2,0—2,8	3,0—4,0	10,13,8 11,15,17	$74\left(\frac{1400}{600}\right)^2=402$		2,4	9,3	12,9
	2,8—4,0	4,0—5,5	12,23,22 23,10,28	$118\left(\frac{1400}{600}\right)^2=642$		3,4	14,8	27,7
	4,0—5,6	5,5—8,0	40,30,35 27,37,31	$200\left(\frac{1400}{600}\right)^2=1088$		4,8	25,1	52,8
	5,6—8,0	8,0—11,5	28,30,18 22,31,15	$144\left(\frac{1400}{600}\right)^2=783$		6,80	18,10	70,9
	8,0—11,3	11,5—16,0	16,18,26 19,25,17	$121\left(\frac{1400}{600}\right)^2=658$		9,65	15,20	86,1

Продолжение табл. 1

Увеличение	Класс измеряемых частиц		Количество частиц, измеренных на отдельных полях	Расчетное количество частиц на отдельных полях	Суммарное количество частиц при данном увеличении	Средний размер частиц класса, мкм	Количественная доля частиц класса, %	Суммарный процент классов, %
	мкм	в делениях линейки, мм						
600×	11,3- 16,0	7,0—9,5	56,50,45 42,53,44	290	590	13,65	6,70	92,8
	16,0—22,4	9,5—13,5	29,40,30 25,44,46	214		19,20	4,80	97,7
	22,4—32,0	13,5—19,0	16,19,11 12,15,13	86		27,20	2,00	99,7
125×	32,0—45,0	4,0—5,5	27,25,20 21,30,31	$154\left(\frac{125}{600}\right)^2 \approx 7$	186	38,50	0,20	99,9
	45,0—63,0	5,5—8,0	4,6,7 5,7,3	$32\left(\frac{125}{600}\right)^2 \approx 2$		54,00	0,10	100,0

Всего 4330

$$N_{рас} = 686 + 590\left(\frac{600}{1400}\right)^2 - 186\left(\frac{125}{1400}\right)^2 - 796$$

Таблица 2

Гранулометрический состав порошка, определенный микроскопическим методом при одном увеличении и наблюдении отдельных полей с помощью окуляр-микрометра

Увеличение	Класс измеряемых частиц, мкм	Количество измеренных частиц		Средний размер частиц класса, мкм	Третья степень среднего размера частиц класса, мкм³	Относительный суммарный объем частиц, мкм³	Массовая (объемная) доля частиц, %	Относительная ошибка измерения, %
		в отдельных полях зрения	суммарное в данном классе					
300×	11,0—16,0	102,86,95,87	370	13,65	$2,54 \cdot 10^3$	$9,40 \cdot 10^5$	13,0	0,60
	16,0—22,4	74,63,70,69	276	19,20	$7,08 \cdot 10^3$	$19,54 \cdot 10^5$	27,2	1,10
	22,4—32,0	37,40,43,48	168	27,20	$20,12 \cdot 10^3$	$33,80 \cdot 10^5$	47,1	0,89
	32,0—45,0	3,5,2,3	13	38,50	$57,07 \cdot 10^3$	$7,427 \cdot 10^5$	10,4	2,58>2
	45,0—63,0	1,0,0,0	1	54,00	$157,50 \cdot 10^3$	$1,58 \cdot 10^5$	2,2	2,15>2
	Всего:	828>625				$71,74 \cdot 10^5$	99,9	

Поскольку ошибка в определении содержания классов (32—45) мкм и (45—63) мкм была более 2%, был проведен дополнительный анализ частиц этих классов еще на трех полях зрения. Окончательный результат анализа дан в табл. 3.

Таблица 3

Гранулометрический состав порошка (того же, что в табл. 2) после подсчета крупных частиц на дополнительных полях зрения

Увеличение	Класс измеряемых частиц, мкм	Количество просмотренных полей	Расчетное количество частиц	Средний размер частиц в классе, мкм	Третья степень среднего размера частиц класса, мкм³	Относительный суммарный объем частиц, мкм³	Массовая доля частиц, %	Относительная ошибка измерения, %
300×	11,3—16,0	4	$370 \cdot \frac{7}{4} = 648$	13,65	$2{,}54 \cdot 10^3$	$1{,}64 \cdot 10^6$	12,8	0,57
	16,0—22,4	4	$276 \cdot \frac{7}{4} = 483$	19,20	$7{,}08 \cdot 10^3$	$3{,}42 \cdot 10^6$	26,9	1,10
	22,4—32,0	4	$168 \cdot \frac{7}{4} = 294$	27,20	$20{,}12 \cdot 10^3$	$5{,}92 \cdot 10^6$	46,5	0,87
	32,0—45,0	7	13 + 12 = 25	38,50	$57{,}07 \cdot 10^3$	$1{,}43 \cdot 10^6$	11,2	1,98
	45,0—63,0	7	1 + 1 = 2	54,00	$157{,}50 \cdot 10^3$	$0{,}32 \cdot 10^6$	2,5	1,72
					Всего:	$12{,}73 \cdot 10^6$	99,9	

Таблица 4

Гранулометрический состав порошка, определенный микроскопическим методом при непрерывном движении препарата с использованием окуляр-микрометра

Увеличение	Класс измеряемых частиц		Количество измеренных частиц класса	Количественная доля частиц, %	Средняя величина частиц, мкм	Третья степень среднего размера частиц, мкм³	Относительный суммарный объем частиц, мкм³	Массовая (объемная) доля частиц, %	Относительная ошибка измерения, %
	действительный, мкм	в делениях окуляра							
375×	4,0—5,6	1,5—2,0	564	39,9	4,80	110,6	$6,2 \cdot 10^3$	1,6	0,10
	5,6 · 8,0	2,0—3,0	257	18,2	6,80	314,4	$8,0 \cdot 10^4$	2,0	0,12
	8,0—11,3	3,0—4,0	254	18,0	9,65	898,6	$22,8 \cdot 10^4$	5,7	0,34
	11,3—16,0	4,0—6,0	175	12,4	13,65	2543,0	$44,2 \cdot 10^4$	11,2	0,74
	16,0 22,4	6,0—8,5	87	6,1	19,20	7078,0	$61,5 \cdot 10^4$	15,6	1,38
	22,4—32,0	8,5—12,0	50	3,6	27,20	20128,0	$100,6 \cdot 10^4$	25,3	2,26
	32,0—45,0	12,0—17,0	27	1,8	38,50	57070,0	$154,1 \cdot 10^4$	38,7	3,57
	Всего:	1414>625		100			$397,4 \cdot 10^4$	100,1	

Два последних класса частиц измерялись дополнительно непрерывным методом на трех полосках, равных на площади площадям первой полосы. Окончательный результат приведен в табл. 5.

Таблица 5

Гранулометрический состав порошка (того же, что в табл. 4) после дополнительного измерения и подсчета крупных частиц

Увеличение	Класс измеряемых частиц		Количество рассмотренных полей препарата	Расчетное количество частиц	Средний размер частиц в классе, мкм	Третья степень среднего размера частиц класса, мкм³	Относительный суммарный объем частиц, мкм³	Массовая (объемная) доля частиц, %	Относительная ошибка измерения, %
	де[illegible]нтель[illegible], мкм	в делениях окуляра							
375×	4,0—5,6	1,5—2,0	1	564·4=2256	4,80	110,6	24,95·10⁴	1,6	0,10
	5,6—8,0	2,0—3,0	1	257·4=1028	6,80	314,4	32,32·10⁴	2,0	0,10
	8,0—11,3	3,0—4,0	1	254·4=1016	9,65	898,6	91,29·10⁴	5,7	0,10
	11,3—16,0	4,0—6,0	1	175·4=700	13,65	2543,0	178,00·10⁴	11,2	0,12
	16,0—22,4	6,0—8,5	1	87·4=348	19,20	7078,0	246,30·10⁴	15,5	0,69
	22,4—32,0	8,5—12,0	4	50+51+50+53=204	27,20	20120,0	410,40·10⁴	25,8	1,26
	32,0—45,0	12,0—17,0	4	27+25+26+28=106	38,50	57070,0	604,90·10⁴	38,1	1,86
							Всего: 1588,16·10⁴	99,9	

gost.e-ecolog.ru