ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОРМЫ ЧАСТИЦ

ГОСТ 25849–83
(СТ СЭВ 3623–82)

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Академией наук Украинской ССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. Н. Клименко, О. С. Ничипоренко, О. А. Балицкая, Н. Г. Чайкина, А. Е. Кущевский, Л. Д. Бернацкая

ВНЕСЕН Академией наук Украинской ССР

Академик **Г. Е. Пухов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 июля 1983 г. № 2899

УДК 669.01.—492.2.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОШКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Метод определения формы частиц

Metal powders. The method of the determination of particle shapl

ГОСТ 25849—83

(СТ СЭВ 3623—82)

ОКСТУ 1790

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 июля 1983 г. № 2899 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает микроскопический метод определения формы частиц металлических порошков.

Метод основан на определении размеров проекции частицы под микроскопом и последующем вычислении факторов формы.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3623—82.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23148—78.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ

Оптические или электронные микроскопы, позволяющие вести наблюдение в проходящем или отраженном излучении.

Увеличение оптического 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 размером 1 мкм требуется увеличение 1400×. Для измерения частиц менее 1 мкм используют электронный микроскоп.

Автоматический анализатор, оснащенный модулем «форм-сепаратор».

Счетчик одиннадцатиклавишный (для подсчета лейкоцитарной формулы крови).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1983

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Соль по ГОСТ 13830—68.

Угли графитированные по нормативно-технической документации.

Линейка измерительная по ГОСТ 427—75.

Капельница по ГОСТ 9876—73 или пипетка медицинская.

Стекла предметные для микропрепаратов по ГОСТ 9284—75.

Стекла покровные для микропрепаратов по ГОСТ 6672—75.

Бумага промокательная по ГОСТ 6246—71 или фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556—81.

Диспергирующая среда должна соответствовать следующим требованиям:

не должна вступать с частицами порошка во взаимодействие, которое может привести к изменению их формы (растворение, химическая реакция и т. п.);

не должна обладать повышенной летучестью;

должна хорошо смачивать частицы порошка;

не должна искажать микроскопическое изображение.

Состав и свойства дисперсионных жидкостей по ГОСТ 22662—77.

Для закрепления частиц с иммерсионными объективами применяют пленкообразующий быстросохнущий 4 %-ный раствор коллодия в амилацетате.

3. ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

3.1. Из пробы порошка готовят препарат — монослой частиц на подложке, полученный диспергированием порошка в дисперсионной жидкости.

3.2. Для просмотра под оптическим микроскопом препарат готовят следующим образом:

пробу для испытаний массой 2—7 г тщательно перемешивают на стеклянной плитке, рассыпают полосой длиной 7—8 см и разделяют ее на 7 или 8 приблизительно равных частей. Четные части отбрасывают, а нечетные смешивают и повторно сокращают таким же образом. Операцию 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 дисперсионной жидкости, распределяют равномерно смесь стеклянной палочкой по стеклу, накладывают покровное стекло и осторожно давят на него 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.

3.3. Приготовление реплик порошков для измерения размеров проекций частиц при использовании электронного просвечивающего микроскопа: небольшое количество порошка, взятого от пробы тонкой иглой, наносят на свежий скол поваренной соли, затем, капнув 1—2 капли этилового спирта на порошок, равномерно растирают его стеклянной палочкой по поверхности скола. После высушивания на поверхность соли с порошком напыляют угольную пленку. Для лучшего качества реплики дают оттенение хромом. Разрезают иглой пленку на квадратики 2×3 мм и осторожно под углом опускают соль в дистиллированную воду пленкой вверх, так чтобы пленка с порошком оторвалась от подложки и всплыла. Пластмассовой палочкой переносят кусочки пленки на растворитель и оставляют на его поверхности до полного растворения порошка. При этом частицы порошка должны быть снизу пленки. После растворения порошка переносят палочкой кусочки угольной пленки последовательно три раза в чашки с дистиллированной водой для отмывки растворителя. Затем вылавливают пленки и просматривают под микроскопом.

3.4. Для измерений при использовании электронного растрового микроскопа готовят препарат: 2—3 мг порошка, взятого от пробы, наносят тонким слоем на клейкую подложку. Подложку закрепляют на предметном столике микроскопа, высушивают и металлизируют напылением слоя золота толщиной 10 нм. Напыленный препарат рассматривают под микроскопом.

3.5. Из пробы готовят два препарата и сравнивают их под микроскопом. Если частицы ориентировочно совпадают по размерам, то измерение проводят на одной из них, в противном случае повторяют приготовление микроскопического препарата.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1. Объектом наблюдения являются проекции частиц из положения наибольшей устойчивости — изображение на экране электронного микроскопа, на экране или в окуляре оптического микроскопа, на фотографии.

4.2. Для описания формы частиц используют факторы формы, представляющие собой отношения:

— максимального линейного размера проекции частицы (l_{max}) к ее минимальному размеру (l_{min});

— расстояния между касательными к крайним точкам проекций, параллельного направления движения препарата (d_F), к

хорде, делящей площадь проекции частицы на две равные части и параллельные направлению движения препарата ($d_м$);

— периметра проекции частицы (P) к площади ее проекции (S).

4.3. При ручном измерении определяют l_{max}, l_{min}, d_F, $d_м$ и их отношения l_{max}/l_{min} или $d_F/d_м$, классифицируют факторы формы в виде частотных распределений. При автоматическом анализе определяют средневзвешенные значения факторов формы: l_{max}/l_{min}, $d_F/d_м$ и P^2/S.

4.4. Факторы l_{max}/l_{min} используются для характеристики степени неравноосности частиц.

Факторы $d_F/d_м$ и P^2/S (второй предпочтительней) применяются для сравнения форм проекций с некоторой типовой конфигурацией частицы (например, имеющей минимальное отношение P^2/S), а также для определения развитости поверхности частиц. Последняя оценивается сравнением с частицей некоторой усредненной формы с гладкой поверхностью, конфигурация проекции которой выбрана на основании фактора l_{max}/l_{min}.

4.5. Размеры проекций частиц в поле зрения препарата измеряют в миллиметрах или микрометрах. При этом операцию измерений повторяют для последовательно возрастающего числа проекций до тех пор, пока при дальнейшем увеличении числа измеряемых проекций, измеряемый фактор перестанет изменяться более чем на 5 %.

Измеряют проекции неагломерированных частиц. Агломераты исключаются из измерения оператором или с помощью специальных устройств в автоматических анализаторах.

Фактор формы определяют как максимум частотного распределения.

4.6. Измерение размеров проекций частиц при работе вручную.

4.6.1. 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. 4.6.3. Отдельные поля зрения выбирают на препарате, перемещая его на величину, большую диагонали прямоугольника или диаметра круга, ограничивающего поле зрения.

4.6.2. 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 большие частицы, при большом — малые частицы.

Результаты измерений при разных увеличениях соответствен-

но пересчитывают в соответствии с п. 4.8. Все измерения проводят при трех увеличениях или менее.

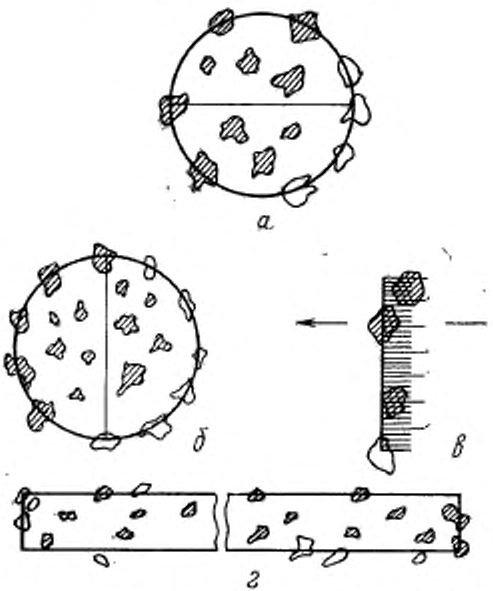
4.6.3. Допускается, чтобы в поле зрения находилось не более 150 частиц. Расстояние между частицами должно быть не меньше размера большей из соседствующих между собой частиц.

4.6.4. 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, если поле зрения ограничено прямоугольником, то учитывают частицы, находящиеся внутри его, на левой вертикальной и верхней горизонтальной сторонах, на пересечении этих сторон и на другом конце одной из них. Остальные части не учитывают.

Если поле зрения ограничено кругом, то учитывают все частицы, находящиеся внутри его, а также все частицы, находящиеся на одной полуокружности и на одном конце проведенного диаметра (см. чертеж *а, б*).

Схема учета частиц при измерениях



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

При непрерывном передвижении микроскопического препарата измерительной линейкой служит 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. чертеж *в, г*).

4.6.5. Измерение частиц на отдельных полях зрения проводят с помощью линейки на матовом стекле, на экране проектора или на микроскопических снимках. Увеличение должно быть подобрано так, чтобы измеряемые изображения частиц имели размер не менее 1 мм. Измеряют максимальную хорду частиц в горизонтальном или вертикальном направлениях.

4.7. Автоматическое измерение частиц.

Автоматическое измерение частиц на отдельных полях зрения проводят так же, как при использовании линейки (п. 4.6.5). В зависимости от типа применяемого счетного устройства измерения и счет могут быть проведены на микроскопических изображениях или на микроскопических снимках.

4.8. При классификации форм частиц следует характеризовать их по типовым формам, приведенным в справочном приложении.

4.9. Результаты испытаний оформляют протоколом, который должен содержать:

условное обозначение или марку порошка;

результаты расчетов факторов формы;

словесное описание формы частиц;

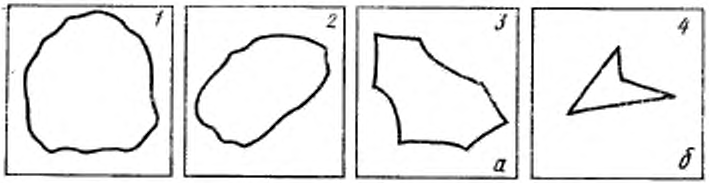
данные об использованной аппаратуре и методике определения (вручную или автоматически);

условия, которые могли бы повлиять на результаты определения (например, неполное отделение агломератов);

дату проведения испытаний.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

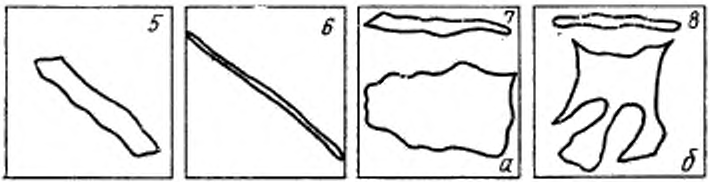
Типовые формы частиц



Сферическая (l_{max}/l_{min} от 1,0 до 1,2)

Округлая (l_{max}/l_{min} от 1,2 до 2,0)

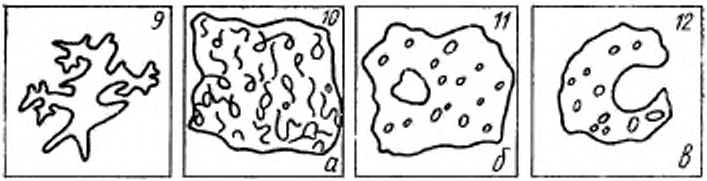
Угловатая (l_{max}/l_{min} от 2,0 до 5,0)
а) с наличием криволинейных поверхностей
б) с наличием острых углов и плоских граней



Стержневая (l_{max}/l_{min} от 5,0 до 25,0)

Игольчатая (l_{max}/l_{min} свыше 25,0)

Пластинчатая или чешуйчатая
а) сферической, округлой или угловатой формы
б) брызгообразной формы



Дендритная

Частицы с внутренними пустотами
а) губчатая (с наличием сквозных пор)
б) пористая (с наличием закрытых пор)
в) полая (с наличием единичных пустот с площадью более 25 % площади проекции частицы)

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*
Корректор *А. Г. Старостин*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 13.07.83 Подп. в печ. 16.09.83 0,625 п. л. 0,45 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2071