ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 71532— 2024

ПОРОШОК АЛЮМИНИЕВЫЙ

Определение гранулометрического состава по дифракции лазерного излучения

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Волгоградская алюминиевая компания — порошковая металлургия» (ООО «ВАЛКОМ-ПМ»), Ассоциацией «Объединение производителей, поставщиков и потребителей алюминия» (Алюминиевая Ассоциация)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 099 «Алюминий»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июля 2024 г. № 982-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 4
5 Аппаратура, реактивы и вспомогательные устройства 4
6 Отбор и подготовка пробы 7
7 Подготовка к проведению измерений 7
8 Проведение измерений 9
9 Обработка результатов 9
10 Точность результатов измерений 10
11 Протокол испытаний 12
12 Требования безопасности 13
Приложение А (справочное) Надежность и устойчивость метода дифракции лазерного излучения . 14
Приложение Б (справочное) Источники ошибок и диагностика 16
Библиография 18

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПОРОШОК АЛЮМИНИЕВЫЙ

Определение гранулометрического состава по дифракции лазерного излучения

Aluminum powder. Determination of granulometric composition by laser radiation diffraction

Дата введения — 2024—11—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает измерение гранулометрического состава (размер частиц и их распределение) алюминиевого порошка, включая пудры и пасты, методом дифракции лазерного излучения (далее — метод измерений), а также общие требования к применяемому оборудованию.

Примечание — В связи с тем, что метод лазерной дифракции не учитывает форму измеряемых частиц, заменяя ее на эквивалентные сферы, результаты определения гранулометрического состава порошков с несферическими частицами данным методом могут отличаться от результатов, полученных иными методами, основанными на других физических свойствах (например, методами седиментации, просеивания на ситах и др.).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.028 Система стандартов безопасности труда. Респираторы ШБ-1 «Лепесток». Технические условия

ГОСТ 23148 (ИСО 3954—77) Порошки, применяемые в порошковой металлургии. Отбор проб

ГОСТ 31581 Лазерная безопасность. Общие требования безопасности при разработке и эксплуатации лазерных изделий

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта

Издание официальное

с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1

агломерат (agglomerate): Совокупность слабо или средне связанных между собой частиц, площадь внешней поверхности которой равна сумме площадей внешних поверхностей ее отдельных компонентов.

Примечания

1 Силы, скрепляющие агломерат в одно целое, являются слабыми и обусловленными, например силами взаимодействия Ван-дер-Ваальса или простым физическим переплетением частиц друг с другом.

2 Агломераты также называют «вторичные частицы», а составляющие их исходные частицы называют «первичные частицы».

[ГОСТ ISO/TS 80004-2—2017, статья 3.4]

3.2 **диаграмма [индикатриса] рассеяния** (scattering pattern): Графическое представление углового распределения интенсивности светового луча $I(\theta)$ или пространственного распределения интенсивности светового луча $I(r)$, возникающего в результате рассеяния, или соответствующая картина распределения энергии с учетом чувствительности и геометрии детекторов.

3.3 **диаметр эквивалентной сферы** (при дифракции лазерного излучения) (equivalent spherical diameter): Размер частиц измеряемой системы, соответствующий диаметрам сферических частиц в системе с таким распределением этих сферических частиц по размерам, который создает диаграмму углового рассеяния света, сопоставимую с диаграммой, наблюдаемой при измерении.

Примечание — Диаграмму углового рассеяния света (индикатрису рассеяния) частицами сферической формы рассчитывают согласно оптической модели.

3.4 **дисперсия** (dispersion): Система, в которой распределенные частицы одного материала диспергированы в непрерывной фазе другого материала.

3.5 **дифракция** (при гранулометрическом анализе) (diffraction): Рассеяние света во всех направлениях по контуру частицы, наблюдаемое на значительном расстоянии (в «дальней зоне»).

3.6

затемнение (obscuration): Относительная доля падающего пучка света, приходящаяся на его ослабление частицами вследствие экстинкции (рассеяния и/или поглощения).

Примечания

1 Затемнение может быть выражено в процентах.

2 Сумма затемнения и пропускания, выраженных в относительных долях, равна единице.

[[1], пункт 3.1, с изменением — слова «процент» и «в процессе измерения лазерной дифракции» исключены]

3.7 **комплексный показатель преломления** (complex refractive index, $\underline{n}_p$): Показатель преломления частицы, состоящий из действительной и мнимой (за счет поглощения) частей.

Примечание — Комплексный показатель преломления частицы $\underline{n}_p$ может быть выражен следующей математической формулой

$$\underline{n}_p = n_p - ik_p,$$

где i — корень квадратный из минус единицы;

k_p — положительная мнимая (за счет поглощения) часть показателя преломления частицы;

n_p — положительная действительная часть показателя преломления частицы.

3.8 **многократное рассеяние** (multiple scattering): Последовательное рассеяние пучка света несколькими частицами, в результате которого диаграмма рассеяния больше не является суммой диаграмм рассеяния отдельных частиц.

3.9 **обратное преобразование свертки** (при дифракции лазерного излучения) (deconvolution): Математическая процедура, посредством которой индикатрису рассеяния совокупности частиц преобразуют в распределение частиц по размерам.

3.10 **оптическая модель** (optical model): Теоретическая концепция, используемая для расчета модельной матрицы для совокупности оптически однородных и изотропных сфер с заданным, если необходимо, комплексным показателем преломления.

Примечание — Примерами оптической модели являются дифракционная модель Фраунгофера, модель рассеяния Ми.

3.11

относительный показатель преломления (relative refractive index, m_{rel}): Отношение комплексного показателя преломления частицы к действительной части показателя преломления дисперсионной среды.

[[2], пункт 3.3, с изменением — слова «абсолютный показатель преломления» заменены словами «комплексный показатель преломления», слово «пробы» заменено словом «частицы»]

Примечание — Относительный показатель преломления может быть выражен математической формулой

$$m_{rel} = \underline{n}_p / n_m,$$

где $\underline{n}_p$ — комплексный показатель преломления частицы;

n_m — действительная часть показателя преломления среды.

3.12

отношение сторон (aspect ratio): Отношение минимального диаметра Фере к максимальному.

Примечание — Для частиц, не очень вытянутых по форме.

[[3], статья 4.5]

3.13 **отражение** (при гранулометрическом анализе) (reflection): Изменение направления световой волны, падающей на поверхность, без изменения длины волны и частоты.

3.14 **поглощение** (absorption): Уменьшение интенсивности падающего светового луча, обусловленное не рассеянием.

3.15 **преломление** (refraction): Процесс, проявляющийся в изменении направления излучения в результате изменения скорости его распространения при прохождении через оптически неоднородную среду или через поверхность, отделяющую разные среды.

Примечание — Процесс протекает согласно закону Снелля:

$$n_m \sin\theta_m = n_p \sin\theta_p,$$

где n_m и n_p — действительная часть показателя преломления среды и частицы соответственно;

θ_m и θ_p — угол рассеяния светового пучка соответственно в среде и частице, измеряемый относительно перпендикуляра к граничной поверхности.

3.16 **проба для однократного измерения** (single shot): Проба для анализа, находящаяся в контейнере и целиком используемая для проведения одного анализа.

3.17 **пропускание** (при гранулометрическом анализе) (transmission): Доля падающего пучка света, оставшаяся при прохождении через дисперсию.

Примечания

1 Пропускание может быть выражено в процентах.

2 Сумма затемнения и пропускания, выраженных в относительных долях, равна единице.

3.18 **рассеяние** (scattering): Изменение распространения луча света при его падении на поверхность контакта двух сред, имеющих разные оптические свойства.

3.19 **угол рассеяния** (scattering angle): Угол между направлениями пропущенного лазерного луча и регистрируемого рассеянного света.

4 Сущность метода

Метод основан на измерении угловой зависимости интенсивности рассеянного частицами порошка лазерного излучения.

Испытуемый образец в виде дисперсии приемлемой концентрации в подходящей жидкой или газовой среде пропускают через луч монохроматического источника света (лазера). Свет, рассеянный частицами под разными углами, регистрируют фотодетекторами, формируя измеренную индикатрису рассеяния.

Программное обеспечение прибора, применяя соответствующие оптическую модель и математическую процедуру, осуществляет преобразование измеренной диаграммы рассеяния в объемное распределение частиц по размерам путем сравнения измеренной диаграммы с расчетными диаграммами совокупностей частиц сферической формы. Распределение частиц по размерам для измеряемой системы считают установленным, когда расчетная диаграмма углового рассеяния света (индикатриса рассеяния) для системы с известной объемной долей сферических частиц разного размера наилучшим образом совпадает с диаграммой рассеяния измеряемой системы.

При расчете индикатрисы предполагается, что все частицы имеют сферическую форму, поэтому для несферических частиц результаты определения гранулометрического состава могут отличаться от результатов, полученных методами на основе других физических принципов (например, седиментация, ситовой анализ и т. д.). Для объективного понимания и интерпретации полученных распределений частиц по размерам применяют микроскоп.

Примечание — Подробное описание метода измерений приведено в [4].

5 Аппаратура, реактивы и вспомогательные устройства

5.1 Типичная установка, реализующая данный метод измерений (далее — лазерный дифракционный анализатор), включает следующие составные части:

- источник монохроматического света;
- систему подготовки дисперсии и подачи ее в зону измерения (далее — диспергатор);
- оптическую систему;
- детекторы света;
- контрольно-вычислительное устройство.

Для расширения диапазона определяемого размера частиц могут быть использованы составные источники света, дополнительные системы регистрации света и сочетаемые с ними оптические системы.

5.2 В качестве источника света обычно используют лазер, генерирующий монохроматический луч. Далее следует блок обработки луча, преобразующий его в расширенный луч с практически идеальным гауссовым распределением для освещения дисперсии частиц.

5.3 Система подготовки дисперсии и подачи в зону измерений

5.3.1 Система влажного диспергирования (диспергатор) может включать ультразвуковое устройство. Получаемая при диспергировании суспензия перемешивается и при помощи насоса циркулирует через проточную ячейку, помещаемую в зону измерения оптического блока. Основными параметрами диспергатора, оказывающими влияние на получаемое распределение частиц по размерам, являются:

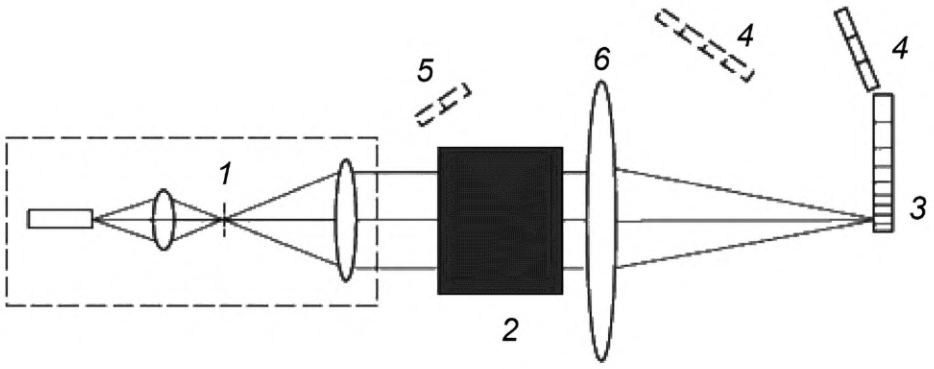
- скорость перемешивания — влияет на деагломерацию частиц образца;
- интенсивность работы насоса (скорость подачи) — обеспечивает полноту подачи частиц всех размеров в зону измерения.

Параметры работы ультразвукового устройства влияют на дополнительную деагломерацию и поддержание состояния суспензии.

5.3.2 Система сухого диспергирования помимо собственно диспергатора использует сжатый воздух и вакуумную систему для сбора образца и обеспечения однонаправленного прохождения частиц через зону измерений. Ключевой особенностью является отсутствие циркуляции образца через зону измерения; виброподатчик диспергатора подает образец, который потоком воздуха под давлением через трубку Вентури проходит через зону измерения в вакуумный приемник.

5.4 Оптические системы лазерных дифракционных анализаторов используют прямую или обратную оптическую схему Фурье.

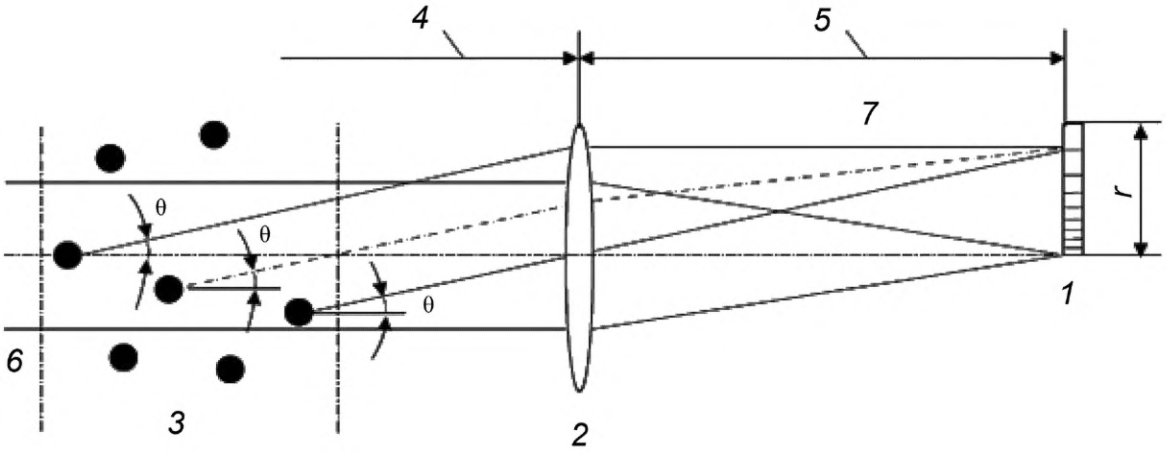
5.4.1 Прямая оптическая схема Фурье позволяет частицам в определенных пределах перемещаться по лучу в широком диапазоне положений вдоль оси лазера, а рассеянный от частиц свет через линзу попадает на регистрирующие детекторы (см. рисунок 1).



1 — блок источника света (включающий один или более источников), обеспечивающий расширение и коллимацию пучка света; *2* — зона измерения (детально — см. рисунок 2); *3* — многоэлементный детектор рассеяния в прямом направлении (определяющий соотношение затемнение/пропускание); *4* — детектор(ы) рассеяния под большим углом; *5* — детектор рассеяния в обратном направлении; *6* — линза Фурье

Рисунок 1 — Прямая оптическая схема Фурье

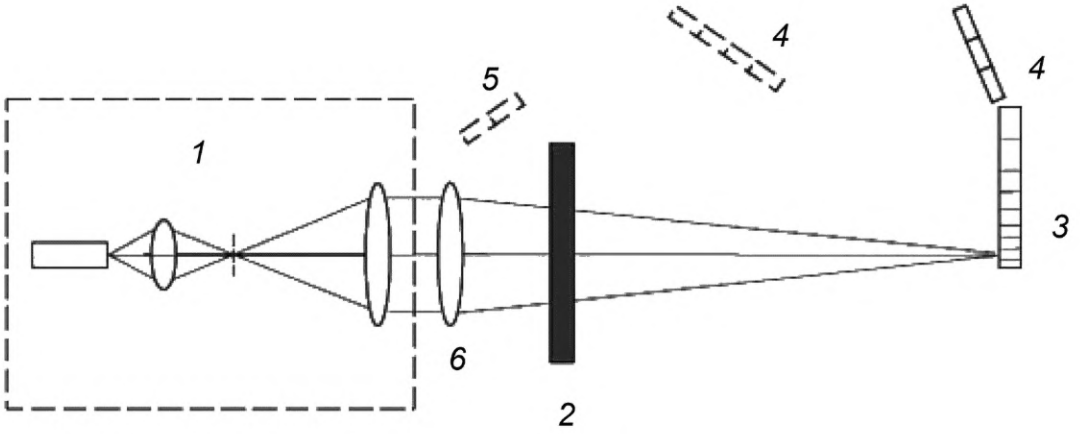
Линза обеспечивает регистрацию каждым элементом детектора света, рассеянного любой частицей на угол, на котором установлен детектор (см. рисунок 2).



1 — многоэлементный детектор рассеяния в прямом направлении (определяющий соотношение затемнение/пропускание); *2* — линза Фурье; *3* — совокупность диспергированных частиц; *4* — дистанция фокусировки в пределах зоны измерения; *5* — фокусное расстояние; *6* — падающий пучок света; *7* — рассеянный свет; *r* — радиус многоэлементного детектора; θ — угол рассеяния

Рисунок 2 — Схема рассеяния света при использовании прямой оптической схемы Фурье

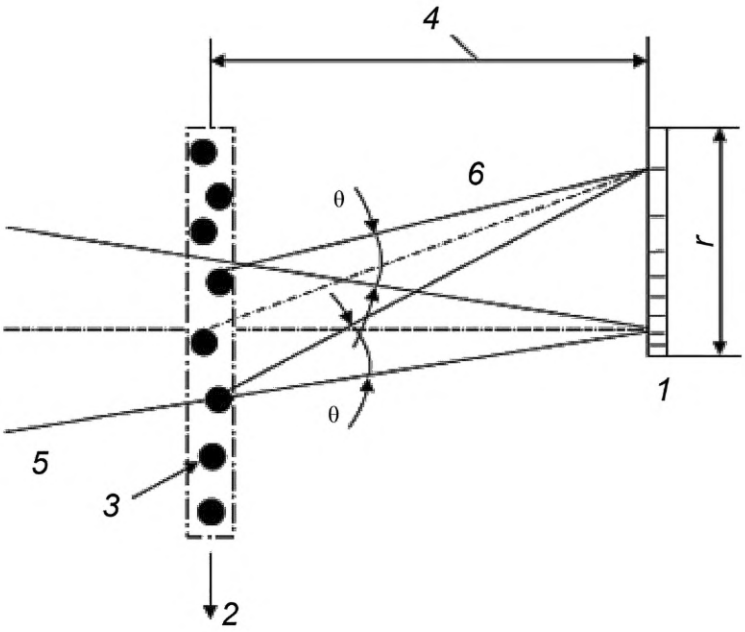
5.4.2 В оптической системе анализатора на основе обратной оптики (см. рисунок 3) лазерный луч при помощи устройства расширителя пучка/коллиматора расширяется до параллельного пучка и проходит через линзу Фурье для освещения группы частиц в проточной ячейке.



1 — блок источника света (включающий один или более источников), обеспечивающий расширение и коллимацию пучка света; *2* — зона измерения (детально — см. рисунок 4); *3* — многоэлементный детектор рассеяния в прямом направлении (определяющий соотношение затемнение/пропускание); *4* — детектор(ы) рассеяния под большим углом; *5* — детектор рассеяния в обратном направлении; *6* — преобразующие линзы Фурье

Рисунок 3 — Обратная оптическая схема Фурье

Рассеянный свет от частиц, освещаемых в узкой рабочей зоне, регистрируется многоэлементными детекторами (см. рисунок 4).



1 — многоэлементный детектор рассеяния в прямом направлении (определяющий соотношение затемнение/пропускание); *2* — поток диспергированных частиц через кювету; *3* — частица(ы); *4* — фокусное расстояние; *5* — падающий свет; *6* — рассеянный свет; *r* — радиус многоэлементного детектора; θ — угол рассеяния

Рисунок 4 — Схема рассеяния света при использовании обратной оптической схемы Фурье

5.5 Элементами детектора, регистрирующими рассеянный частицами под разными углами свет, являются фотодиоды. Число элементов детектора, их расположение или оптические углы должны быть установлены таким образом, чтобы обеспечить измерение размеров частиц в требуемом диапазоне с требуемой разрешающей способностью.

5.6 Для управления процессом измерений, хранения и обработки данных, а также для преобразования зарегистрированных сигналов в распределение частиц по размерам используют компьютер с соответствующим программным обеспечением.

Для обработки диаграммы рассеяния, представляющей собой совокупность сигналов каждого детектора от частиц заданного класса крупности на единицу объема пробы, внесенной в измерительную ячейку, используют одну из двух оптических моделей, одна из которых основана на теории Ми, а другая — на приближении Фраунгофера. Выбор зависит от диапазона размеров измеряемых частиц, их оптических свойств и применяемой аппаратуры. Теория Ми применима для всех размеров сфер при условии, что эти сферы однородны и изотропны, а их оптические свойства известны. Приближение Фраунгофера требует, чтобы частицы были крупными по сравнению с длиной волны падающего света и/или непрозрачными. Для применения модели Фраунгофера не требуется знание оптических свойств материала. Ее применение ограничено малым углом рассеяния света.

Для частиц размером более 50 мкм с относительным показателем преломления более 1,2 теория Ми и приближение Фраунгофера дают одинаковые результаты. Для частиц размером менее 2 мкм применяют теорию Ми. Для частиц размером от 2 до 50 мкм результаты определения распределения частиц по размерам, полученные с использованием теории Ми и приближения Фраунгофера, совпадают только для непрозрачных частиц.

Неправильный выбор оптической модели или значений показателя преломления может привести к значительному смещению результирующего распределения частиц по размерам. Это смещение часто наблюдается, когда некорректные параметры материала используют для мелких частиц.

6 Отбор и подготовка пробы

6.1 Представительную пробу приемлемого объема для проведения измерений готовят с использованием подходящего оборудования для сокращения сыпучих проб в соответствии с ГОСТ 23148.

6.2 Пробу для влажного диспергирования следует подготовить для проведения измерения. Для этого сначала готовят густую пасту путем смешивания порошков с жидкостью. Для приготовления пасты к пробе порошка по каплям добавляют диспергирующую жидкость при постоянном перемешивании шпателем. Консистенция пасты позволяет минимизировать ошибки, обусловленные сегрегацией частиц.

Консистенция пасты считается хорошей, если она соответствует вязкой консистенции, например меда или зубной пасты. Слишком жидкая паста непригодна для использования, так как велик риск сепарации больших частиц, и, следовательно, образец не может считаться репрезентативным. В этом случае необходимо подготовить новую пасту. Из хорошо перемешанной пасты частиц отбирают необходимые образцы для проведения измерений.

Если максимальный размер частиц выходит за пределы диапазона измерений, удаляют материал повышенной крупности, например путем предварительного просеивания на ситах. В этом случае следует зафиксировать количество удаленного материала в единицах массы или в процентах.

6.3 Анализируемый материал проверяют визуально или с помощью микроскопа. Для получения достоверных результатов измерений можно применять растровую электронную микроскопию.

Такая проверка позволяет:

- оценить диапазон размеров и форму частиц;
- проверить наличие агломератов частиц и потребность в дополнительной обработке.

Результаты измерений гранулометрического состава испытываемого образца действительны для партии материала только при условии, что образец является характерным представителем соответствующей партии и диспергирован должным образом.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Размещение аппаратуры

Аппаратуру устанавливают на жестком столе или подставке в чистой рабочей среде, свободной от повышенных электрических шумов, механической вибрации и колебаний температуры, в местах, исключающих попадание прямых солнечных лучей и воздействие воздушных потоков. Рабочее место должно соответствовать требованиям техники безопасности и охраны труда при работе с лазерными излучателями.

Примечание — При выполнении измерений соблюдают требования безопасности, указанные в эксплуатационной документации к прибору. Рекомендуется также соблюдать меры предосторожности, указанные в разделе 12.

7.2 Дисперсионная среда и диспергирование

7.2.1 Пробу для проведения измерения подготавливают, используя жидкие или газообразные дисперсионные среды.

7.2.2 Для проведения измерений сухие порошки диспергируют в газовой (сухое диспергирование) или жидкой (влажное диспергирование) среде. Разрушение агломератов алюминиевого порошка при сухом диспергировании происходит вследствие возникновения сдвиговых напряжений или столкновений частиц друг с другом или с поверхностями прибора под воздействием давления газа. Энергия диспергирования должна быть достаточной для качественного распыления частиц, но не чрезмерной, чтобы избежать разрушения частиц в результате трения.

При влажном диспергировании разрушение агломератов может быть обеспечено перемешиванием или обработкой ультразвуком. Испарение летучих органических жидкостей может привести к значительному охлаждению и, как следствие, к изменению показателя преломления жидкой среды, что, в свою очередь, может послужить причиной искажения результатов определения размеров частиц. Следует также избегать образования пузырьков воздуха при интенсивном перемешивании.

Примечание — Подробные рекомендации по способу диспергирования проб приведены в [4].

7.2.3 Жидкая дисперсионная среда

Жидкости, используемые в качестве дисперсионной среды для порошков, должны соответствовать следующим требованиям:

а) быть прозрачными для световых волн, длина которых равна длине волны применяемого(ых) источника(ов) света (например, для лазера с гелиево-неоновым источником света λ = 633 нм);

б) быть совместимыми с материалами, которые использованы в измерительном приборе (кольцевые уплотнители, трубки и т. д.);

в) не растворять материал частиц или не изменять их размеры;

г) быть практически свободными от пузырьков воздуха или других частиц;

д) способствовать качественному диспергированию частиц и устойчивости дисперсионной системы;

е) иметь показатель преломления, значительно отличающийся от показателя преломления материала частиц;

ж) иметь вязкость, подходящую для осуществления диспергирования и рециркуляции;

з) не оказывать вредного воздействия на здоровье человека и отвечать требованиям безопасности.

Часто в качестве дисперсионной среды используют воду. Допускается добавлять малопенящиеся поверхностно-активные вещества, снижающие поверхностное натяжение воды (тем самым облегчая смачивание частиц), а также дисперсанты (часто полиэлектролиты) для стабилизации дисперсии. В качестве дисперсионной среды могут быть использованы органические жидкости, такие как этанол, 2-пропанол (изопропиловый спирт), *n*-гексан или изооктан.

Примечания

1 При использовании жидкостей с высоким давлением паров необходимо накрыть ультразвуковую ванну крышкой, чтобы предотвратить образование опасных концентраций паров на рабочем месте.

2 Испарение летучих органических жидкостей может привести к значительному охлаждению и, как следствие, к изменению показателя преломления жидкой среды, что, в свою очередь, может послужить причиной искажения результатов определения размеров частиц.

7.2.4 Газообразная дисперсионная среда

Газообразные дисперсионные среды не должны содержать примесей масла, воды или твердых частиц, а их температура должна быстро восстанавливаться до комнатной. Для достижения соответствия указанным требованиям следует использовать сушку, фильтрование и подогрев используемой среды.

7.2.5 Количество порошка, необходимого для проведения одного измерения, должно обеспечивать требуемую концентрацию частиц. Рабочий диапазон концентрации частиц в зоне измерений экспериментально подбирают для конкретного образца таким образом, чтобы получить соотношение сигнал/шум в соответствии с требованием к прецизионности, но при этом концентрация порошка должна быть достаточно низкой, чтобы избежать возникновения многократного рассеяния, которое обычно приводит к смещению результатов определения гранулометрического состава в область меньших размеров частиц.

Рекомендовать точный диапазон концентрации частиц невозможно, поскольку концентрация зависит от размера частиц, ширины диапазона размеров, степени монохромности лазерного луча и длины пути диспергированных частиц в зоне измерения. В качестве начальной точки в измерениях для определения рабочей концентрации следует выбирать значения затемнения (пропускания) для анализа частиц размером 1 мкм — 5 % (95 %) и для частиц размером 100 мкм — 25 % (75 %). Для определения допустимых пределов концентрации следует измерить размеры частиц при различных уровнях затемнения (пропускания) и контролировать сдвиг распределения. Диапазон концентраций, в котором результаты не изменяются, следует считать рабочим.

8 Проведение измерений

8.1 Проведение измерений с помощью лазерного дифракционного анализатора включает в себя следующие этапы:

- настройку оборудования, проверку оптической юстировки и выполнение холостого измерения с целью определения фонового рассеяния;
- введение образца в зону измерений в соответствии с требованиями раздела 7;
- измерение индикатрисы рассеяния, предусматривающее многократную регистрацию картины светорассеяния многоэлементным детектором за характерное время измерения, вычисление усредненного сигнала для каждого элемента, сохранение результатов измерений;
- выбор подходящей оптической модели;
- преобразование диаграммы рассеяния в распределение частиц по размерам.

Примечание — Излучение измерительных приборов, использующих лазеры, способно вызвать необратимое повреждение глаз. Следует избегать прямого попадания лазерного луча или его отражения в глаза, а также блокирования лазерного луча отражающими поверхностями.

8.2 Информация о надежности и устойчивости метода определения гранулометрического состава порошков по дифракции лазерного излучения приведена в приложении А.

9 Обработка результатов

9.1 Показатели

Результатами гранулометрического анализа алюминиевых порошков методом дифракции лазерного излучения являются среднеарифметические значения следующих показателей (по результатам трех параллельных определений):

- $D_{10,3}$ (или $x_{10,3}$) — диаметр, соответствующий 10-му процентилю совокупности частиц меньшего диаметра (здесь — по объему), или, другими словами, это диаметр, который не превышают 10 % (по объему) частиц всей совокупности;
- $D_{50,3}$ (или $x_{50,3}$) — медианный диаметр, соответствующий 50-му процентилю совокупности частиц меньшего диаметра (здесь — по объему), или, другими словами, это диаметр, который не превышают 50 % (по объему) частиц всей совокупности;
- $D_{90,3}$ (или $x_{90,3}$) — диаметр, соответствующий 90-му процентилю совокупности частиц меньшего диаметра (здесь — по объему), или, другими словами, это диаметр, который не превышают 90 % (по объему) частиц всей совокупности.

Показатели распределения по размерам для частиц диаметром менее $D_{5,3}$ ($x_{5,3}$) или более $D_{95,3}$ ($x_{95,3}$) с большой вероятностью имеют более высокую неопределенность и содержат систематическую ошибку, что связано с проблемами отбора проб и ограничениями возможностей лазерных дифракционных анализаторов.

При необходимости весь диапазон размеров частиц может быть разбит на большее число интервалов, а результаты представлены в графическом (диаграммы распределения) или табличном виде (см. [5] и [6]).

9.2 Разрешающая способность и чувствительность аппаратуры

Число и ширина различаемых интервалов размеров зависят от разрешающей способности и чувствительности применяемой аппаратуры.

Разрешающая способность характеризует возможность измерительной аппаратуры четко распознавать частицы близких размеров.

Чувствительность характеризует способность измерительной аппаратуры четко фиксировать небольшие изменения количества частиц определенного класса крупности.

Разрешающая способность и чувствительность зависят от следующих факторов:

- числа, расположения, геометрии и площади детекторов;
- применения подходящей оптической модели;
- тонкой структуры измеряемой диаграммы рассеяния, особенно если речь идет об объемном распределении удлиненных частиц по размерам;
- действительного размера частиц и ширины диапазона размеров;
- возможных эффектов сглаживания и урегулирования интенсивности сигналов и/или процедуры обратного преобразования свертки;
- соотношения сигнал/шум и др.

Для разных интервалов размеров частиц разрешающая способность и чувствительность могут быть разными.

Разрешающая способность в области наибольших размеров ограничена объемным углом рассеяния, определяемым конечным малым размером детекторов. Разрешающая способность в области наименьших размеров ограничена слабо выраженными рассеивающими свойствами частиц такого размера. Современный уровень лазерных анализаторов позволяет утверждать, что группа частиц, предельные размеры которых отличаются в два раза, может быть разделена по границе, лежащей в средней части диапазона размеров.

Поскольку очень мелкие частицы слабо рассеивают свет, чувствительность их определения в полидисперсной системе может быть существенно снижена из-за присутствия крупных частиц.

Все эти факторы существенно влияют на разрешающую способность и чувствительность. По этой причине описание процедур подготовки, измерений и обработки полученных данных является непростой задачей. Для аппаратуры, состоящей из узлов и систем, сравнимых с описанными выше, действительные значения разрешающей способности и чувствительности могут быть определены путем измерения смеси частиц известного состава, например в рамках контроля качества измерений.

10 Точность результатов измерений

10.1 Общие положения

В соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1 точность результатов анализа включает понятия правильности и прецизионности результатов.

10.2 Правильность

10.2.1 Для контроля правильности получаемых результатов используют сертифицированные стандартные образцы (СО) с известным распределением частиц по размерам. При использовании сухого диспергирования на каждое испытание расходуется большое количество пробы. Чтобы снизить расход сертифицированного СО при контроле правильности с сухим диспергированием, допускается использовать внутренние СО.

10.2.2 В общем виде значение расширенной неопределенности U_{lim} (максимальное допускаемое отклонение), относящееся к каждому параметру и используемое в качестве критерия принятия/непринятия полученных результатов, вычисляют по формуле

$$U_{lim} = \pm CF \cdot \sqrt{u_{crm}^2 + u_p^2}, \quad (1)$$

где CF — коэффициент охвата;

u_{crm} — значение неопределенности данного параметра, указанное в сертификате СО;

u_p — значение стандартной неопределенности для измерительных систем лазерных дифракционных анализаторов.

Значения CF и u_p приведены в таблице 1. Значения коэффициента охвата CF, находящиеся обычно в интервале от 2 до 3, выбирает оператор, руководствуясь желаемым уровнем доверительной вероятности, и документирует.

Примечание — При уровне доверительной вероятности 95 % допускается выбирать значение коэффициента охвата, равное 2, при уровне доверительной вероятности 99 % — 2,5 и при уровне доверительной вероятности 99,7 % — 3.

Таблица 1 — Параметры для вычисления допускаемых отклонений от принятого опорного значения

Определяемый параметр	Обозначение параметра	Максимальное допускаемое отклонение для прибора, u_p	Коэффициент охвата *CF*
10-й процентиль	$D_{10,3}$ или $x_{10,3}$	2 %	2—3
50-й процентиль	$D_{50,3}$ или $x_{50,3}$	1,5 %	2—3
90-й процентиль	$D_{90,3}$ или $x_{90,3}$	2,5 %	2—3

10.2.3 Если для контроля правильности результатов используют внутренний СО, данные для которого получены на лазерном дифракционном анализаторе аналогичного типа, то в неопределенность параметров этого внутреннего СО уже входит неопределенность, обусловленная измерительной системой. В этом случае формула для вычисления расширенной неопределенности, относящейся к конкретному параметру, упрощается

$$U_{\text{lim}} = \pm U_{\text{house}} = \pm CF \cdot u_{\text{house}}, \quad (2)$$

где U_{house} — расширенная неопределенность данного параметра внутреннего СО;

u_{house} — стандартная неопределенность данного параметра внутреннего СО.

В этом случае рекомендуется принимать значение коэффициента охвата, равное 3.

10.2.4 Для установления правильности метода испытанию подвергают как минимум три отдельные пробы СО; предпочтительно проводить испытания пяти отдельных проб. Каждое испытание следует проводить при приемлемой концентрации пробы и в течение такого промежутка времени, за которое может быть измерено достаточное количество частиц.

Процентили объемного распределения, полученные для каждого параметра ($D_{10,3}$ или $x_{10,3}$, $D_{50,3}$ или $x_{50,3}$, $D_{90,3}$ или $x_{90,3}$) в трех или пяти испытаниях, не должны отличаться от их среднего значения для каждого параметра более чем на величину вычисленного допускаемого отклонения.

В случае неудовлетворительного результата испытания необходимо тщательно проверить все аспекты, касающиеся действий оператора и настройки измерительной аппаратуры, после чего повторить испытание. Источники ошибок и диагностика приведены в приложении Б.

10.3 Прецизионность

10.3.1 Повторяемость

Проверка повторяемости результатов применима к методам, использующим диспергирование в жидкости.

Для оценки повторяемости результатов проводят как минимум шесть последовательных измерений одной пробы в течение короткого промежутка времени при условии одной и той же приемлемой концентрации и одной и той же продолжительности измерения, позволяющей проанализировать достаточно большое количество частиц. Полученные для каждого параметра результаты должны отличаться от среднеарифметических значений этих параметров, вычисленных по результатам шести измерений, не более чем на величину, указанную в таблице 2.

Таблица 2 — Максимальные допускаемые отклонения результатов определения гранулометрического состава порошков методом лазерной дифракции

В абсолютных процентах

Определяемый параметр	Обозначение параметра	Максимальное допускаемое отклонение результатов измерения	
		одной и той же диспергированной пробы	пробы для однократного измерения
10-й процентиль	$D_{10,3}$ или $x_{10,3}$	±2	±3
50-й процентиль	$D_{50,3}$ или $x_{50,3}$	±1,5	±2,5
90-й процентиль	$D_{90,3}$ или $x_{90,3}$	±3	±4

Примечания

1 Значения допускаемых отклонений, приведенные в таблице 2, применимы к порошкам с частицами сферической или близкой к сферической формы.

2 Если для последовательных измерений жидких дисперсных систем используют не циркулирующую пробу, а отдельные аликвоты, то при оценке повторяемости следует ориентироваться на значения допускаемых отклонений результатов, указанные в последней графе таблицы 2 — проба для однократного измерения. В то же время если при измерении сухих систем используют приспособление для гравитационного диспергирования, обеспечивающее полный захват пробы после измерения и повторное ее диспергирование в чистый воздушный поток, или если есть уверенность в корректном разделении пробы порошка на пробы для однократного измерения, то в этом случае могут быть справедливы значения допускаемого отклонения результатов измерения одной и той же диспергированной пробы.

В случае неудовлетворительного результата испытания необходимо тщательно проверить все аспекты, касающиеся действий оператора и настройки измерительной аппаратуры, после чего повторить испытание.

10.3.2 Воспроизводимость

Данные о воспроизводимости результатов определения гранулометрического состава порошков методом лазерной дифракции отсутствуют.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен быть оформлен в бумажном и/или электронном виде, доступен всем заинтересованным лицам и содержать полную информацию, позволяющую выполнить повторные измерения другими операторами и в других лабораториях. Информация должна включать (пункты, отмеченные звездочкой, являются обязательными):

- идентификацию пробы:
  - а) химический состав;
  - б) изготовителя и/или номер партии;
  - в) дату и время отбора пробы;
  - г) подготовительные процедуры (в случае применения), например предварительное просеивание;
  - д) количество пробы;
- дату проведения анализа*;
- условия диспергирования порошка (обязательность указания определяется в зависимости от специфики диспергирующего устройства):
  - а) для сухого диспергирования:
    - 1) специфические детали диспергирующего устройства, например диаметр питающей трубки, исходное давление;
    - 2) тип питающего/дозирующего устройства*;
    - 3) скорость при дозировании;
    - 4) давление при дозировании*;
  - б) для влажного диспергирования:
    - 1) дисперсионную жидкость: идентификацию, объем и, при необходимости, температуру*;
    - 2) дисперсант(ы): тип и концентрация;
    - 3) обработку ультразвуком: тип устройства, частоту (энергию), продолжительность обработки и продолжительность паузы перед измерением;
    - 4) давление и скорость перемешивания*;
- длину оптического пути;
- данные о лазерном дифракционном анализаторе:
  - а) тип и регистрационный номер прибора*;
  - б) версию программного обеспечения;
  - в) объем ячейки для дисперсной системы;
  - г) оптическую схему (например, фокусные расстояния линз);
  - д) дату и время последней настройки прибора;
  - е) дату последних квалификационных испытаний*;
- условия проведения измерений:
  - а) дату и время проведения измерений пробы;

б) оптическую концентрацию/затемнение*;

в) пороговые уровни начала и окончания измерения (при наличии);

г) порог для накопления достоверных данных (при наличии);

д) примененную оптическую модель рассеяния света*;

е) действительную и мнимую части комплексного показателя преломления в случае применения теории Ми*;

ж) действительную и мнимую части показателя преломления используемой жидкости в случае применения теории Ми*;

з) (дополнительно) параметр приемлемости в процессе обратного преобразования свертки (например, принятое допускаемое расхождение, критерий согласия хи-квадрат, расхождение в процентах);

и) условия и продолжительность ультразвуковой обработки (в случае применения)*;

к) условия прокачивания и перемешивания (в случае применения)*;

л) уровни затемнения/пропускания*;

- результаты анализа с указанием неопределенности*;
- название и адрес лаборатории, проводившей анализ;
- фамилию и инициалы оператора*.

12 Требования безопасности

12.1 Измерения с помощью лазерного дифракционного анализатора должны выполнять лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности, в том числе при работе с лазерными излучателями.

12.2 При выполнении измерений соблюдают требования безопасности, указанные в эксплуатационной документации на лазерный дифракционный анализатор.

При работе с установками, использующими лазерное излучение, следует соблюдать требования ГОСТ 31581.

12.3 При работе с алюминиевым порошком следует использовать индивидуальное средство защиты органов дыхания, например респиратор по ГОСТ 12.4.028.

12.4 Пожарную безопасность и взрывобезопасность лабораторных помещений следует обеспечивать в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и ГОСТ 12.1.010.

12.5 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны, образующихся в ходе измерения, не должно превышать предельно допустимых концентраций, указанных в ГОСТ 12.1.005.

12.6 Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны лаборатории необходимо осуществлять в соответствии с ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007.

12.7 Помещения лаборатории, в которых выполняется измерение, необходимо оборудовать системами вентиляции в соответствии с ГОСТ 12.4.021.

Приложение А
(справочное)

Надежность и устойчивость метода дифракции лазерного излучения

А.1 Надежность

Аналитический метод считают надежным, если он не чувствителен к изменению эксплуатационных параметров. Надежность метода устанавливают при его разработке и определении допускаемых (приемлемых) предельных значений всех параметров, которые могут влиять на конечный результат.

А.2 Устойчивость

Аналитический метод считают устойчивым, если он не чувствителен к непредвиденным изменениям переменных эксплуатационных параметров. Непредвиденные изменения часто проявляются при переносе метода на другое место, даже если на предыдущем месте результаты были приемлемыми. После испытаний на надежность проводят эксперименты, позволяющие получить информацию о возможности перемещения метода внутри лаборатории, используя для этих экспериментов хорошо зарекомендовавшие себя процедуры.

А.3 Исследование параметров

При проверке параметров, характеризующих надежность процедуры лазерной дифракции, рекомендуется использовать подход «обеспечение качества на этапе разработки».

Начиная разрабатывать метод, следует определить конечные цели. При изучении агрегированных и агломерированных состояний необходимо принять меры для исключения диспергирования кластеров. И наоборот, при изучении процесса диспергирования все агломераты должны быть разрушены. Пользуясь рекомендациями, приведенными в настоящем стандарте, в инструкции к прибору и других документах от производителя, может быть разработан оценочный метод. Для повышения надежности метода необходимо получить полное представление о факторах, влияющих на результаты (факторы риска). После этого можно принимать решение о том, какие факторы являются ключевыми.

Факторы классифицируют по типам. Каждый тип факторов далее может быть классифицирован по разным признакам.

а) Факторы фона: непредумышленные изменения, которые можно идентифицировать как потенциально критические, могут потребовать испытаний для оценки их воздействия. Их следует проконтролировать по возможности всесторонне. Небольшие изменения фона могут проявляться в виде неизбежных небольших отклонений результатов.

б) Контролируемые факторы: к ним относятся факторы, играющие ключевую роль, например такие, как процедура подготовки пробы. Такие факторы должны быть четко определены и детально описаны.

в) Факторы, определяющие процедуру (экспериментальные факторы): к ним относятся параметры, которые можно менять в процессе разработки метода с целью нахождения оптимального варианта.

Указанные факторы могут быть проиллюстрированы так называемой диаграммой Исикавы. Ниже представлены отдельные диаграммы для методов, использующих влажное (рисунок А.1) и сухое (рисунок А.2) диспергирование.

Изучая фактор исполнителя, следует описать, как получают пробу и приготавливают дисперсную систему.

Изучая фактор окружающей среды, указывают лабораторные условия выполнения измерений. Постоянна ли температура? При проведении сравнительных испытаний указывают, одинаковы ли температура и влажность в других лабораториях при измерении той же пробы. Изменилась ли влажность воздуха в лаборатории по сравнению с влажностью при предыдущих измерениях?

Фактор материала подразумевает описание источника пробы, дисперсной среды и материалов сравнения, используемых при измерениях. Должного ли качества дисперсная среда, содержит ли она примеси? Относится ли измеряемый материал к материалам с постоянным химическим составом поверхности? Меняются ли свойства его поверхности? Изменен ли способ промывки материала? Использован материал более сухой или влажный, чем обычно?

Изучая фактор прибора, обращают внимание на его конструкцию и основную функцию. Одинакова ли модель прибора для сравниваемых измерений? Соответствующие ли средства анализа, размеры или линзы использованы? Какова степень подготовки прибора к измерениям?

Фактор метода изучают путем описания параметров методики и выбранной процедуры. Являются ли способы приготовления пробы и добавления ее в устройство, где происходит диспергирование, подходящими? Правилен ли выбор оптической модели? Является ли количество введенной пробы достаточным для получения хорошего соотношения сигнал/шум и в то же время недостаточным для получения значительного многократного рассеяния?

Исследователь должен определить, какие факторы являются критическими, и предложить серию экспериментов по определению наиболее подходящих параметров (скорости перемешивания, повторяемости в зависимости от продолжительности измерения, от мощности ультразвука и продолжительности ультразвуковой обработки и т. д.).

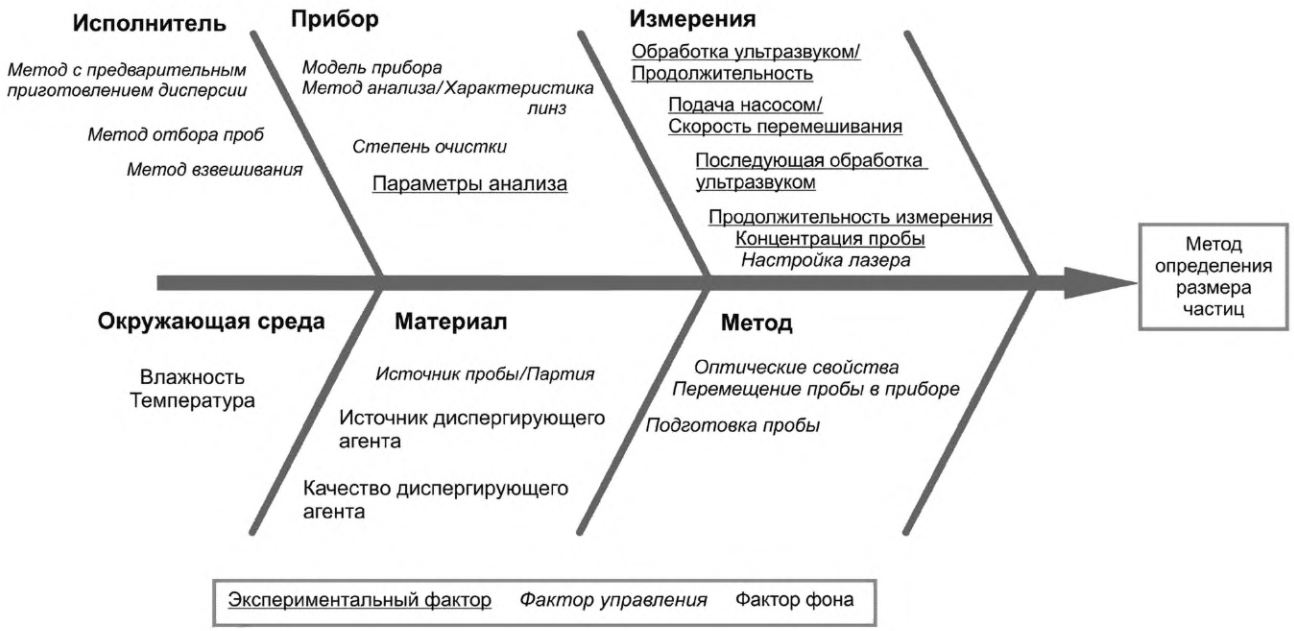


Рисунок А.1 — Факторы риска для метода с влажным диспергированием

При измерении сухих дисперсий (рисунок А.2) рекомендации те же, что и для измерения влажных дисперсий, за исключением того, что ключевыми параметрами при измерении являются скорость подачи дисперсии, давление при диспергировании, содержание влаги в дисперсионной среде, количество пробы. При этом флуктуации температуры газа-носителя должны быть минимальными.

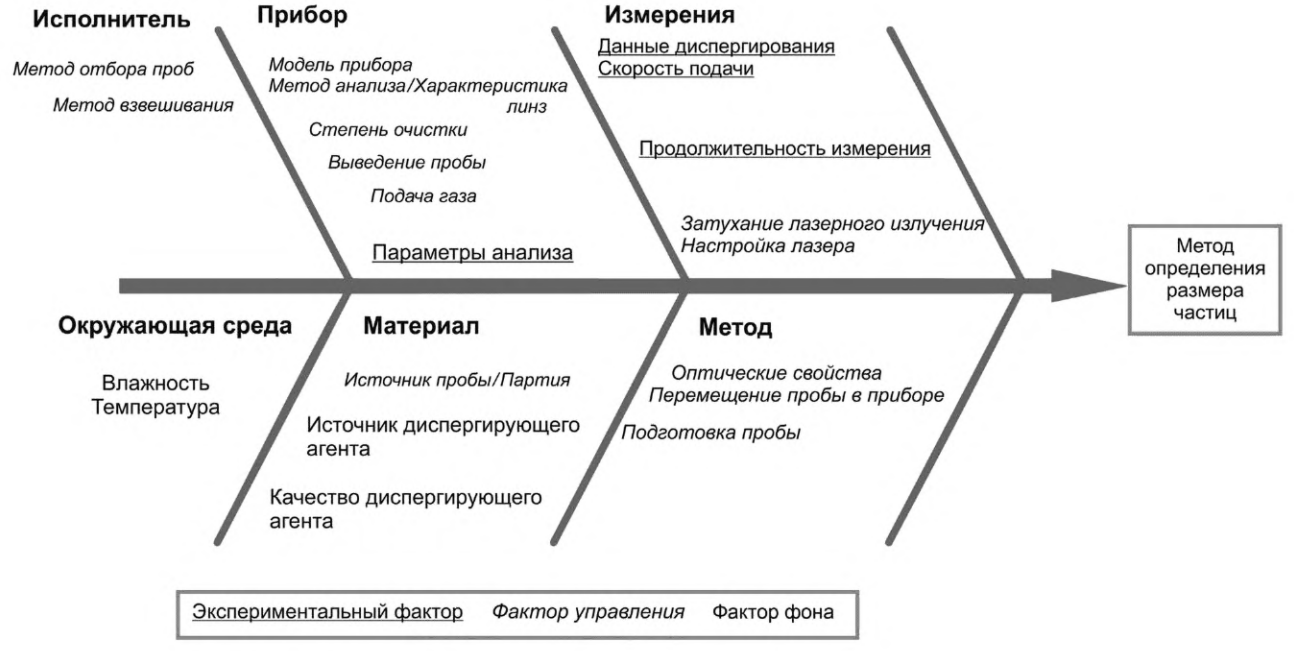


Рисунок А.2 — Оценка рисков для методов с сухим диспергированием

Приложение Б
(справочное)

Источники ошибок и диагностика

Б.1 Отбор и подготовка пробы

а) Неправильный отбор проб является причиной того, что измеряемая проба не является представительной по отношению ко всему материалу, от которого ее отбирают. Обусловленная этим ошибка особенно велика в случае применения некорректного способа разделения пробы, отбираемой от потока большой партии материала, содержащего частицы широкого диапазона размеров. Ошибки также могут быть вызваны выбранным способом перемещения пробы внутри измерительной аппаратуры. Так, например, слишком низкая скорость подачи насосом диспергированной пробы может привести к седиментации — осаждению крупных частиц в потоке. При измерении сухих диспергированных проб возможна даже потеря крупных частиц из системы еще до измерений (см. [7]).

б) Неполное разрушение агломератов частиц при использовании ненадлежащей процедуры диспергирования (выбор жидкости, учет свойств диспергируемого вещества, работа диспергирующего устройства, ультразвуковой ванны).

в) Группирование частиц под действием механических сил в процессе диспергирования (например, при ультразвуковой обработке жидких систем или в результате чрезмерных перепадов давления и/или столкновений частиц со стенками при сухом диспергировании).

г) Разбухание, повторное образование агломератов, растворение частиц перед или в течение измерений.

д) Появление пузырьков воздуха в результате использования пенящихся дисперсионных жидкостей и/или интенсивного перемешивания.

е) Искажение рассеяния в результате изменения показателя преломления дисперсионных жидкости или газа, возникшего из-за изменения их температуры. В свою очередь, изменение температуры возможно вследствие испарения дисперсионной жидкости или при наличии внешнего источника тепла.

Б.2 Ошибки и погрешности, обусловленные свойствами частиц

Другим источником существенных погрешностей является отклонение свойств и поведения частиц от теоретических предположений. Причины ошибок могут быть разными:

а) Отклонение от сферической формы: В реальности большинство частиц не соответствуют предположению об их сферичности. Поперечное сечение несферических частиц, по контуру которого происходит рассеяние света, зависит от ориентации частиц относительно источника света. Считают, что в луче падающего света частицы имеют все возможные ориентации, которые не всегда отражают действительность, особенно если отношение сторон частицы очень мало. Такие частицы часто имеют преобладающую ориентацию.

б) Шероховатость поверхности частиц: Поверхность частиц может быть негладкой и иметь неровности. Это вызывает диффузию рассеянного света на поверхности частицы и потерю части света вследствие хаотичности рассеяния, т. е. производит эффект, похожий на поглощение света частицей.

в) Оптическая неоднородность: Частицы могут быть оптически неоднородны, как в случае сцепления частиц друг с другом, пористости материала или если материал представляет собой смесь разных компонентов. Кристаллические материалы могут иметь разные показатели преломления при наблюдении по разным осям. Ми-теория может быть использована для смесей материалов с разными показателями преломления. Но для оптической модели следует использовать только один показатель преломления.

г) Флуоресценция: Некоторые материалы способны испускать поглощенный свет (флуоресцировать). Угловой спектр такого флуоресцентного излучения не зависит от размера частиц и вносит ошибку в результат определения гранулометрического состава.

д) Неправильный выбор оптической модели или параметров: В общем случае выбор некорректной модели или показателя преломления приводит к разным значениям концентрации частиц, вычисленным по данным измерений и по известной массе пробы и объему дисперсионной среды. При этом разница вычисленных таким образом значений концентраций может быть существенной.

Б.3 Ошибки, обусловленные процедурой

а) Присутствие частиц, диаметр которых выходит за пределы измеряемого диапазона. В этом случае меняют настройку прибора, расширяя диапазон измерения (изменяя положение линз), и/или удаляют слишком крупные частицы (предварительным просеиванием).

б) Внесение пробы в лазерный пучок за пределами рабочего пространства оптической схемы.

в) Загрязнение линз или стенок измерительной ячейки, которые в этом случае следует очистить.

г) Измерения при повышенных уровнях фона, вызванных отражением лазерного луча от внутренних поверхностей прибора, слишком большим разбросом сфокусированного лазерного луча, перекрытием лазерного луча и рассеянного света, регистрируемого детекторами под малыми углами (вследствие неправильного положения), значительным изменением температуры измеряемой среды или наложением внешнего освещения.

д) Неправильная настройка оптической системы.

е) Слишком высокая концентрация частиц, вызывающая многократное рассеяние.

ж) Слишком низкая концентрация частиц, вызывающая слишком низкое отношение сигнала к фону.

з) Неподходящая математическая процедура для обратного преобразования зарегистрированных интенсивностей рассеянного света в объемное распределение частиц по размерам (проверку осуществляют совместно с изготовителем прибора).

и) Недостаточные продолжительность измерений или количество данных, полученных с каждого детектора.

к) Работа при значительно отличающихся уровнях затемнения.

л) Несовершенства прибора, например изменяющаяся интенсивность лазерного луча или элементы детектора с повышенным уровнем фона.

Б.4 Диагностика ошибок

Ошибки отдельных этапов процедуры могут быть диагностированы следующим образом:

а) Измерение интенсивности лазерного луча в течение не менее 1 ч в режиме холостого опыта. Результаты измерения должны быть стабильны в пределах, установленных инструкцией к прибору.

б) Наблюдение за сигналами от элементов детектора при проведении холостых измерений (при возможности наблюдения в режиме реального времени). Фоновый сигнал должен демонстрировать плавное поведение лишь с небольшими и непродолжительными положительными или нулевыми значениями. Отрицательные или превышающие верхний предел (100 %) значения могут свидетельствовать о повреждении элементов детектора, дефектах электронной схемы, загрязнении или повреждении стенок измерительной ячейки или линз. Регистрация значительной интенсивности света элементами детектора, расположенными только в определенном месте, часто объясняется отражением от поврежденных поверхностей линз, ячейки или других поверхностей, освещаемых лазерным лучом.

в) Повышенные флуктуации сигнала детектора при измерении фона часто наблюдаются при использовании летучих растворителей, испарение которых вызывает тепловые колебания, приводящие к смещению лазерного луча к внутреннему кольцу элементов детектора. В результате получают «фантомный» пик в верхней части диапазона измерений прибора. В таких случаях рекомендуется переждать в течение промежутка времени, необходимого для исчезновения тепловых колебаний. Аналогичный эффект наблюдается при применении ультразвуковой обработки к системам, содержащим летучие жидкости, и в этом случае также рекомендуется переждать определенное время для исчезновения флуктуаций.

г) Наблюдают сигналы детектора при повторных измерениях пробы, вычисляют средние значения для каждого элемента детектора и их стандартные отклонения. Систематическое сравнение сигналов всех элементов детектора с сигналами, полученными в предыдущих параллельных измерениях, может служить подтверждением стабильности. Таким образом получают представление о прецизионности и точности получаемых сигналов: большие систематические отклонения или нулевые значения сигналов могут свидетельствовать о повреждении элемента детектора, дефекте электронной схемы, загрязнении стенок ячейки или линз, неправильной угловой настройке элементов детектора, о присутствии пузырьков воздуха или проблемах с процедурами отбора пробы и диспергирования.

д) Сравнивают известную концентрацию частиц с полученным при измерении расчетным значением (расчетную формулу см. в [6]). Для систем, все частицы которых имеют отношение сторон более 0,25, результат сравнения может служить руководством для выбора подходящей оптической модели и значений показателя преломления. Для систем, содержащих частицы с отношением сторон, близким к 1, расхождение двух значений концентраций может служить подтверждением правильности выбора оптической модели и значений показателя преломления. Большие расхождения между известной и вычисленной, как указано, концентрацией еще предстоит изучить.

е) После установления компьютерной программой наилучшего соответствия диаграмм рассеяния (измеренной и рассчитанной в соответствии с выбранной оптической моделью) сравнивают измеренную всеми элементами детектора интенсивность света с вычисленными значениями. Большое систематическое расхождение указывает на возможное повреждение элементов, наличие загрязнения или на неправильный выбор оптической модели.

Библиография

[1] ИСО 8130-13:2019 Краски порошковые. Часть 13. Гранулометрический анализ методом лазерной дифракции (Coating powders — Part 13: Particle size analysis by laser diffraction)

[2] ИСО 24235:2007 Керамика тонкая (высококачественная керамика, высококачественная техническая керамика). Определение гранулометрического состава керамических порошков методом лазерной дифракции (Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of particle size distribution of ceramic powders by laser diffraction method)

[3] ИСО 26824 Определение характеристик частиц в их совокупностях. Словарь (Particle characterization of particulate systems — Vocabulary)

[4] ИСО 13320 Гранулометрический анализ. Методы лазерной дифракции (Particle size analysis — Laser diffraction methods)

[5] ИСО 9276-1:1998 Представление результатов гранулометрического анализа. Часть 1. Графическое представление (Representation of results of particle size analysis — Part 1: Graphical representation)

[6] ИСО 9276-2:2014 Гранулометрический анализ. Представление результатов. Часть 2. Расчет средних размеров/диаметров частиц и моментов по распределению частиц по размерам (Representation of results of particle size analysis — Part 2: Calculation of average particle size/diameters and moments from particle size distributions)

[7] ИСО 14887 Подготовка образца. Процедура диспергирования порошков в жидкостях (Sample preparation — Dispersing procedures for powders in liquids)

УДК 669.71:006.354

ОКС 17.020
77.120.10

Ключевые слова: алюминиевый порошок, гранулометрический состав, дифракция лазерного излучения, лазерный дифракционный анализатор

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 31.07.2024. Подписано в печать 01.08.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,37.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru