ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 71903— 2024

Аддитивные технологии

КОМПОЗИЦИИ МЕТАЛЛОПОРОШКОВЫЕ

Определение гранулометрического состава методом лазерной дифракции

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением дополнительного профессионального образования «Академия стандартизации, метрологии и сертификации (учебная)» (ФГАОУ ДПО АСМС)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 182 «Аддитивные технологии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 декабря 2024 г. № 1974-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», 2025

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 2
5 Оборудование и материалы 3
6 Условия выполнения измерений 3
7 Подготовка к проведению измерений 3
8 Порядок проведения измерений 4
9 Представление результатов измерений 4
10 Требования безопасности и охраны окружающей среды 6
11 Протокол измерений 6
Библиография 8

ОКС 81.060.30

Поправка к ГОСТ Р 71903—2024 Аддитивные технологии. Композиции металлопорошковые. Определение гранулометрического состава методом лазерной дифракции

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 1	1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением дополнительного профессионального образования «Академия стандартизации, метрологии и сертификации (учебная)» (ФГАОУ ДПО АСМС)	1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением дополнительного профессионального образования «Академия стандартизации, метрологии и сертификации (учебная)» (ФГАОУ ДПО АСМС), Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого (ФГАОУ ВО «СПбПУ»)

(ИУС № 8 2025 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Аддитивные технологии

КОМПОЗИЦИИ МЕТАЛЛОПОРОШКОВЫЕ

Определение гранулометрического состава методом лазерной дифракции

Additive technologies. Metal powders. Determination of particle size distribution by laser diffraction method

Дата введения — 2025—03—31

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на металлопорошковые композиции (МПК) и устанавливает метод определения гранулометрического состава (распределение частиц по размерам) в диапазоне размеров частиц от 0,01 до 2000 мкм с помощью лазерного дифракционного анализатора.

Диапазон размера частиц может быть расширен в зависимости от используемого лазерного дифрактометра.

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 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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

ГОСТ 20291 Натрия полифосфат технический. Технические условия

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

ГОСТ Р 8.777—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Дисперсный состав аэрозолей и взвесей. Определение размеров частиц по дифракции лазерного излучения

ГОСТ Р 57558/ISO/ASTM 52900:2015 Аддитивные технологические процессы. Базовые принципы. Часть 1. Термины 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 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.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 8.777 и ГОСТ Р 57558, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **угловое распределение интенсивности рассеянного света:** Интенсивность рассеянного света как функция угла рассеяния.

3.2 **угол рассеяния:** Угол между направлениями пропущенного лазерного луча и регистрируемого рассеянного света.

3.3 **относительный показатель преломления:** Отношение абсолютного показателя преломления пробы к показателю преломления дисперсионной среды.

3.4 **юстировка:** Действия по приведению оптической системы прибора в рабочее состояние.

3.5 **квантиль распределения частиц по размерам:** Численный показатель, характеризующий функцию распределения частиц по размерам, равный размеру частиц, который не превышается заданным процентным соотношением частиц.

Примечания

1 Например, квантиль d_{10} указывает, что значение диаметра 10 % частиц не превышает данное значение.

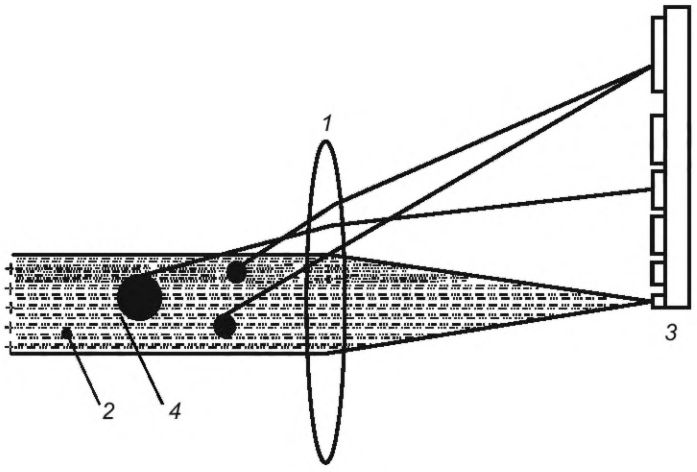
2 Для описания гранулометрического состава указывают значения квантилей d_{10}, d_{50} и d_{90}.

3.6 **диспергирование:** Тонкое измельчение твердого тела или жидкости, в результате которого образуются дисперсные системы — аэрозоли или взвеси.

4 Сущность метода

Для измерений гранулометрического состава МПК используют принцип дифракции лазерного излучения: при попадании на частицу порошка лазерный луч отклоняется на угол, зависящий от размера частицы. Далее рассеянный луч попадает на детектор. Измерение интенсивности излучения, попавшего на каждый элемент детектора, и последующая математическая обработка сигнала позволяют определить размер частиц.

Характеристика рассеяния лазерного излучения на частице зависит от длины волны излучения, размера, формы и относительного показателя преломления частицы. Принимают, что характеристика рассеяния лазерного излучения на частицах, диспергированных в жидкости, является суммой характеристик рассеяния на каждой частице. В базовой оптической системе, изображенной на рисунке 1, свет, рассеиваемый частицами в лазерном луче, собирается линзами Фурье на детектор, размещенный в фокальной плоскости линз, для регистрации углового распределения интенсивности рассеянного излучения. Гранулометрический состав порошка выводят математически из измеренного углового распределения интенсивности рассеянного света в соответствии с теорией рассеяния Ми или теорией дифракции Фраунгофера.



1 — преобразовательная линза Фурье; *2* — лазерный луч; *3* — детектор рассеянного света; *4* — частицы МПК

Рисунок 1 — Схематическое изображение оптической системы, используемой для измерений гранулометрического состава методом лазерной дифракции

Примечания

1 Подробное описание принципа метода лазерной дифракции приведено в ГОСТ Р 8.777.

2 Для частиц субмикронных диаметров для определения гранулометрического состава допускается также использовать обратное рассеяние света.

5 Оборудование и материалы

5.1 Анализатор гранулометрического состава лазерный дифракционный с диапазоном определяемых характеристик от 0,01 до 2000 мкм, включающий в себя:

- блок диспергирования образца (в сухой или во влажной среде) и подачи измерительной среды в измерительный тракт анализатора;
- лазер в качестве источника излучения с длиной волны 532 нм и относительной нестабильностью спектральных характеристик лазерного излучения не более 1 %;
- оптическую систему с автоматической юстировкой для получения рассеянного излучения на детекторе;
- детекторный блок;
- систему обработки и представления результатов измерений.

Блок диспергирования образца во влажной среде должен включать в себя ультразвуковое диспергирующее устройство. Измерительная среда перемешивается в дисперсионном резервуаре и циркулирует через измерительный тракт анализатора с помощью насоса.

В оптической системе анализатора лазерный луч с помощью устройства расширителя пучка/коллиматора расширяется до параллельного пучка для освещения группы частиц в проточной ячейке, а рассеянный свет от освещаемых частиц сводится преобразовательной линзой Фурье на детектор, состоящий из фотоэлементов, размещенных в фокальной плоскости линз.

В системе обработки и представления результатов измерений электрический сигнал от каждого элемента детектора проходит аналого-цифровое преобразование и направляется в операционный процессор. Обработку и представление результатов измерений осуществляют с помощью встроенного программного обеспечения.

Допускается применение других лазеров с другой длиной волны при условии обеспечения возможности определения в требуемом диапазоне размеров частиц с точностью не хуже настоящего метода.

5.2 Поверхностно-активное вещество (ПАВ), предназначенное для разделения частиц МПК и предотвращения их дальнейшего слипания. ПАВ должно быть прозрачно для используемой длине волны лазера. В качестве ПАВ, например, используют гексаметафосфат натрия по ГОСТ 20291 в концентрации раствора в соответствии с рекомендациями производителя оборудования.

6 Условия выполнения измерений

6.1 Если иное не предусмотрено в документах по стандартизации или технической документации на МПК, измерения проводят при соблюдении следующих условий:

- температура окружающего воздуха — от 15 °С до 35 °С;
- относительная влажность — не более 80 %;
- атмосферное давление — от 86 до 106 кПа;
- частота переменного тока — (50 ± 0,4) Гц;
- напряжение в сети — (230 ± 23) В.

6.2 В зоне размещения лазерного дифракционного анализатора должны отсутствовать механические вибрации частотами более 30 Гц и амплитудой виброперемещений более 0,75 мм.

7 Подготовка к проведению измерений

7.1 Отбор проб МПК для проведения гранулометрического анализа проводят в соответствии с ГОСТ 23148.

Допускается проводить измерение гранулометрического состава МПК, используя в качестве объекта испытаний подготовленную суспензию МПК в дисперсионной жидкости. Процесс подготовки суспензии МПК должен быть описан и представлен в протоколе измерений.

7.2 Подготовка лазерного дифракционного анализатора гранулометрического состава проводится в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Подготовка лазерного дифракционного анализатора включает в себя промывку/продувку измерительного тракта анализатора, проведение дегазации в случае проведения анализа в жидкой среде и юстировку оптической системы анализатора.

7.3 Все используемые средства измерений должны быть калиброваны и/или поверены, а испытательное оборудование должно быть допущено к применению для измерения в порядке, установленном действующим законодательством.

8 Порядок проведения измерений

8.1 Общие положения

8.1.1 Определение гранулометрического состава МПК проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации лазерного дифракционного анализатора.

8.1.2 Перед проведением определения фиксируют условия проведения измерений (температуру окружающего воздуха, относительную влажность воздуха и атмосферное давление). Колебания температуры в период выполнения измерений не должны быть более ±2 °С.

8.1.3 Электропитание измерительного оборудования включают не менее чем за 30 мин до начала измерений.

8.2 Порядок проведения измерений с использованием блока диспергирования в жидкой среде:

- устанавливают параметры измерений;
- наполняют дисперсионный резервуар и циркуляционный контур дисперсионной жидкостью, при необходимости добавляют несколько капель ПАВ (для предотвращения слипания частиц МПК);
- включают ультразвуковое диспергирующее устройство;
- проводят измерение уровня фона в измерительном канале;
- добавляют порционно, с помощью ложки, пробу МПК или по каплям приготовленную суспензию МПК в дисперсионный резервуар, пока концентрация МПК в дисперсионной жидкости не достигнет уровня, достаточного для регистрации интенсивности рассеянного света при высоком отношении сигнал/шум.

Примечания

1 Измерения проводят при высоком отношении аналитического и фонового сигналов (степень затемнения). Следует проводить измерения при степени затемнения от 10 до 15 %.

2 В случае измерения при низкой степени затемнения возможно снижение репрезентативности анализируемой пробы. Высокая степень затемнения приводит к многократному рассеянию излучения и, следовательно, занижению размеров частиц в результатах;

- выполняют не менее пяти измерений гранулометрического состава;
- обработку и представление результатов измерений проводят с помощью встроенного программного обеспечения.

8.3 Порядок проведения измерения с использованием блока диспергирования в сухой среде:

- устанавливают параметры измерения;
- проводят измерение уровня фона в измерительном канале;
- загружают пробу МПК в систему подачи порошка и выставляют скорость подачи, достаточную для регистрации интенсивности рассеянного света при высоком отношении сигнал/шум;
- выполняют не менее пяти измерений гранулометрического состава;
- обработку и представление результатов измерений проводят с помощью встроенного программного обеспечения.

9 Представление результатов измерений

9.1 Результаты измерений гранулометрического состава МПК представляют следующими способами:

- в форме таблиц, содержащих определенные квантили распределения размера частиц;
- в форме гистограммы распределения частиц по установленным диапазонам измеренных размеров;

- в форме интегральной диаграммы, полученной на основе гистограммы распределения размеров частиц.

Гистограммы распределения частиц по установленным диапазонам измеренных размеров и интегральные диаграммы объединяют в одной диаграмме.

При необходимости результаты измерений могут быть представлены несколькими способами.

На рисунке 2 представлен пример представления результатов измерений гранулометрического состава МПК.

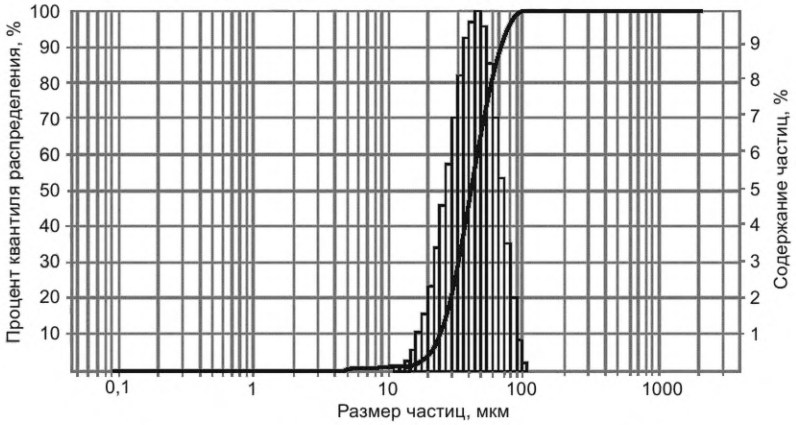


Рисунок 2 — Диаграмма распределения частиц

9.2 При табличном представлении результатов распределения в таблицу включают следующие измеренные значения: квантиль распределения, размер частиц, соответствующий выбранному квантилю распределения, и процентное содержание фракций в требуемом диапазоне. Примеры оформления результатов измерения приведены в таблицах 1—3.

При указании квантилей распределения указывают, как минимум, значения квантилей распределения D_{10}, D_{50} и D_{90}.

Диапазоны распределения содержания частиц могут быть дополнены требуемыми интервалами по согласованию с заказчиком.

Таблица 1 — Таблица представления результатов измерения гранулометрического состава

Квантиль распределения	Среднее арифметическое значение размера частиц, мкм	Относительное стандартное отклонение, %	Определенный размер частиц, мкм, соответствующий квантилю распределения				
			1	2	3	4	5
D_{10}	18,21	0,6	18,0	18,3	18,3	18,1	18,3
D_{50}	38,05	0,1	38,0	38,1	38,1	38,1	38,0
D_{90}	55,20	0,2	55,1	55,1	55,3	55,2	55,3

Таблица 2 — Таблица представления результатов измерения гранулометрического состава — вариант с накоплением

Среднее арифметическое значение размера частиц, мкм	Квантиль распределения $Q(d)$, мм	Относительное стандартное отклонение, %	Определенный размер частиц, мкм, соответствующий квантилю распределения				
			1	2	3	4	5
5,00	0,5	3,7	0,4	0,4	0,4	0,5	0,5
10,00	0,8	2,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
20,00	13,0	1,5	13,3	12,8	12,9	13,1	12,9
30,00	30,3	0,5	30,5	30,3	30,1	30,2	30,4

Окончание таблицы 2

Среднее арифметическое значение размера частиц, мкм	Квантиль распределения $Q(d)$, мм	Относительное стандартное отклонение, %	Определенный размер частиц, мкм, соответствующий квантилю распределения				
			1	2	3	4	5
40,00	55,4	0,2	55,5	55,4	55,4	55,2	55,5
50,00	81,0	0,1	81,1	81,1	80,9	80,9	80,8
63,00	97,5	0,1	97,6	97,6	97,4	97,5	97,3
70,00	99,7	0,1	99,7	99,8	99,6	99,7	99,6
80,00	100,0	0,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
90,00	100,0	0,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
99,00	100,0	0,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
110,00	100,0	0,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Таблица 3 — Таблица представления результатов измерения гранулометрического состава — вариант отношение содержания частиц во фракции

D_{10}, мкм	D_{50}, мкм	D_{90}, мкм	Содержание частиц фракции, %			
			<20 мкм	20—63	63—80	>80
25,50	41,10	64,20	1,50	90,13	7,62	0,75

10 Требования безопасности и охраны окружающей среды

10.1 Требования безопасности при работе с лазерным дифракционным анализатором — в соответствии с ГОСТ Р 8.777—2011 (раздел 7).

10.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

10.3 Вентиляционная система помещения должна обеспечивать многократный обмен воздуха в соответствии с ГОСТ 12.4.021.

10.4 Организацию обучения безопасности труда персонала проводят в соответствии с [1].

10.5 Операторы, допущенные к работе на оборудовании, должны пройти соответствующее обучение, чтобы обладать необходимой компетентностью для проведения измерений.

11 Протокол измерений

Протокол измерений по определению гранулометрического состава должен содержать:

- номер протокола измерений;
- организацию, проводящую испытание;
- место проведения измерений;
- обозначение и наименование настоящего стандарта;
- сведения, необходимые для идентификации пробы (номер партии МПК, номер пробы, информация об отборе пробы и т. д.);
- форму частиц порошка (если известно);
- результат, полученный в соответствии с разделом 9;

- номер свидетельства о поверке и дату окончания его действия для используемого оборудования/средств измерений;
- операции, не указанные в настоящем стандарте, или операции, рассматриваемые как необязательные (например, наименование/марка и количество ПАВ, информация о подготовке суспензии МПК);
- условия проведения измерений (температура, относительная влажность, атмосферное давление);
- сведения о любом явлении, которое могло бы повлиять на результат;
- модель и характеристики лазерного дифракционного анализатора (диспергирование в сухой или влажной среде);
- дату проведения измерения;
- Ф.И.О., должности, личные подписи персонала и оператора.

Библиография

[1] Правила обучения по охране труда и проверки знания требований охраны труда (утверждены постановлением Правительства Российской Федерации от 24 декабря 2021 г.№ 2464)

УДК 666.3.017:006.354 ОКС 81.060.30

Ключевые слова: аддитивные технологии, металлопорошковые композиции, гранулометрический состав, лазерная дифракция

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 25.12.2024. Подписано в печать 10.01.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.

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

ОКС 81.060.30

Поправка к ГОСТ Р 71903—2024 Аддитивные технологии. Композиции металлопорошковые. Определение гранулометрического состава методом лазерной дифракции

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 1	1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением дополнительного профессионального образования «Академия стандартизации, метрологии и сертификации (учебная)» (ФГАОУ ДПО АСМС)	1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением дополнительного профессионального образования «Академия стандартизации, метрологии и сертификации (учебная)» (ФГАОУ ДПО АСМС), Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого (ФГАОУ ВО «СПбПУ»)

(ИУС № 8 2025 г.)

gost.e-ecolog.ru