
**Материалы на основе твердых
частиц. Отбор и деление проб для
определения характеристик частиц**

*Particulate materials – Sampling and sample splitting for the
determination of particulate properties*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14488:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc7323fd-4ec7-44fc-9aca-7575b1a77a35/iso-14488-2007>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 14488:2007(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14488:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc7323fd-4ec7-44fc-9aca-7575b1a77a35/iso-14488-2007>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2007

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по адресу, указанному ниже, или членом ISO в стране регистрации пребывания.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Сокращения и обозначения	3
5 Принципы отбора и деления проб	4
5.1 Общие положения	4
5.2 Фундаментальная ошибка	5
5.3 Общая ошибка/число проб или добавок	8
6 План выборочного контроля	10
7 Общие процедуры	11
7.1 Меры по обеспечению безопасности	11
7.2 Первичный отбор проб	11
7.3 Обработка проб	12
7.4 Контейнеры проб	13
7.5 Маркировка контейнеров проб	13
8 Методы деления проб	14
8.1 Общие положения	14
8.2 Роторный рифлуар	14
8.3 Статический порционер	14
8.4 Придание конической формы и деление на четыре части	16
8.5 Метод деления прибавок	17
8.6 Ковшовая проба	18
8.7 Отбор проб из пасты	18
8.8 Отбор проб суспензии	19
9 Валидация	20
Приложение А (информативное) Вычисление дисперсий на разных этапах последовательности отбора проб	21
Приложение В (информативное) Оценка ошибок выборки и минимальной массы пробы	25
Библиография	32

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы этого документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 14488 подготовлен Техническим Комитетом ISO/TC 24, *Сита, просеивание и другие методы определения размеров*, Подкомитетом SC 4, *Определение размеров методами, не использующими просеивание*.

[ISO 14488:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc7323fd-4ec7-44fc-9aca-7575b1a77a35/iso-14488-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc7323fd-4ec7-44fc-9aca-7575b1a77a35/iso-14488-2007>

Введение

Определение характеристик частиц, таких как размер, форма и площадь удельной поверхности, требует очень тщательного отбора и деления проб. Распределения значений таких характеристик связано с числом частиц, которое не может быть увеличено, как при отборе проб для проведения химического анализа. Отклонения от статистических значений происходят из-за присутствия частиц, имеющих разные размеры и форму для каждой компоненты в порошке, из которого отбирается масса порошка.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14488:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc7323fd-4ec7-44fc-9aca-7575b1a77a35/iso-14488-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc7323fd-4ec7-44fc-9aca-7575b1a77a35/iso-14488-2007>

Материалы на основе твердых частиц. Отбор и деление проб для определения характеристик частиц

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает методы получения испытательной пробы из определенного объема материала на основе твердых частиц (порошок, паста, суспензия или пыль), которая может рассматриваться как репрезентативная проба этого объема с установленным доверительным уровнем. В частности, это относится к измерению размеров частиц, распределения частиц по размерам и площади поверхности частиц.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 3165, *Отбор проб химических продуктов промышленного назначения. Безопасность при отборе проб*

[ISO 14488:2007](#)

ISO 6206, *Химические продукты технического назначения. Отбор проб. Словарь* [77a35/iso-14488-2007](#)

ISO 9276-2, *Гранулометрический анализ. Представление результатов. Часть 2. Расчет средних размеров/диаметров частиц и моментов исходя из гранулометрического состава*

ISO 14887, *Приготовление проб. Методики диспергирования порошков в жидкостях*

3 Термины и определения

Для целей настоящего документа используются термины и определения, установленные в ISO 6206, а также следующие термины и определения.

3.1

смещение

bias

систематическая разность истинного (или принятого) значения и измеренного значения

3.2

класс "критических размеров"

"critical" size class

особый класс размеров, ошибка выборки которой, выражаемой в её относительной массе, оказывает значительное влияние на характеристики продукта

- 3.3**
ошибка
error
разность измеренного значения и истинного значения, которая может носить случайный или систематический характер
- 3.4**
суммарная проба
gross sample
первичная проба, состоящая из нескольких прибавок пробы
- 3.5**
произвольно взятая проба
grab sample
проба, которая не была взята в четко установленных условиях
- 3.6**
первичная проба
primary sample
проба (простая или составная), взятая из определенного продукта в объеме
- 3.7**
репрезентативная проба
representative sample
проба, обладающая такими же характеристиками, как и определенная партия материала, и представляющая материал в объеме в рамках доверительного предела
- 3.8**
проба
sample
часть определенного продукта в объеме, взятая для определения характеристик
- 3.9**
прибавка пробы
sample increment
простая проба, взятая из любого определенного набора положений в продукте в объеме или в любой из установленных моментов времени из производственной/транспортной линии, смешанная с другими прибавками для образования суммарной пробы
- 3.10**
последовательность отбора проб
sampling sequence
последовательность шагов, включающая отбор проб, деление и соединение проб, приводящих к получению испытательной пробы для определенного продукта в объеме
- 3.11**
локальная проба
spot sample
проба, взятая в определенном положении или в определенное время изготовления продукта из партии материала
- 3.12**
испытательная проба
test sample
проба, полностью используемая для определения характеристик

4 Сокращения и обозначения

Для целей настоящего документа используются следующие сокращения и обозначения.

CV	коэффициент вариации, т. е. стандартное отклонение относительно соответствующего среднего значения, выражаемый в долях или процентах
F_{ϕ_1, ϕ_2}	стандартное значение F -распределения со степенями свободы ϕ_1 и ϕ_2
FE	фундаментальная ошибка
MMD	медианный диаметр массы
n	общее число частиц в пробе или в прибавке пробы
n_0	число частиц в установленном классе размеров
n_{\min}	число частиц в пробе или в прибавке пробы, необходимое для получения определенного максимального отклонения ε_{\max} с установленным доверительным уровнем
n_{MMD}	требуемое число частиц в пробе, соответствующее установленной ошибке определения MMD
n_r	общее число частиц в логарифмическом нормальном распределении частиц по размерам, необходимое для достижения максимального коэффициента вариации 3,16 % в x_{90}
N	число измеренных проб
N_r	число проб, требуемых для получения определенного максимального отклонения ε_{\max} , с установленным доверительным уровнем между оцененным и истинным средним значением исследуемой характеристики
$Q_0(x_i)$	интегральное распределение частиц по размерам, основанное на числе частиц
$Q_3(x_i)$	интегральное распределение частиц по размерам на основе объема или массы
r	размерность (тип величины) распределения: $r = 0$: число; $r = 1$: длина; $r = 2$: площадь; $r = 3$: объем или масса
SD	стандартное отклонение
s_y	оценка стандартного отклонения y , полученная из измерений
t	t -коэффициент Стьюдента для статистической достоверности, который зависит от взятого доверительного уровня и числа степеней свободы ($N - 1$) (взятых из статистических таблиц)
Var	вариация
x	размер частиц
x_5	размер частиц, соответствующий 5-ому процентилю
x_{95}	размер частиц, соответствующий 95-ому процентилю
x_i	размер частиц, соответствующий процентилю i
y	значение исследуемой характеристики материала на основе твердых частиц, например, удельный размер, форма, площадь поверхности
\bar{y}	среднее значение y

z_c	критическое z -значение, связанное с установленным доверительным уровнем в соответствии со стандартным нормальным распределением (взятым из статистических таблиц)
ε_{\max}	установленный максимальный уровень отклонения при установленном доверительном уровне (полуширина установленного доверительного интервала)
γ	гранулометрический коэффициент, связанный с шириной распределения частиц по размерам, выражаемый как отношение x_{95}/x_5 распределения частиц по заниженным размерам; $\gamma \approx 0,25$ для широкого распределения частиц по размерам с $x_{95}/x_5 > 4$; $\gamma \approx 0,5$ для $2 < x_{95}/x_5 < 4$; $\gamma \approx 0,75$ для $1 < x_{95}/x_5 < 2$; и $\gamma \approx 1$ для $x_{95}/x_5 \approx 1$
ρ	плотность частиц в кг/м^3
σ	стандартное отклонение; квадратный корень из дисперсии (теоретическое значение)
σ_g	геометрическое стандартное отклонение логарифмического нормального распределения частиц по размерам
σ_p	фундаментальная ошибка (стандартное отклонение) массовой доли частиц, размер которых меньше или равен x_i , т. е. $Q_3(x_i)$

5 Принципы отбора и деления проб

5.1 Общие положения

Материалы на основе твердых частиц состоят из отдельных частиц, каждая из которых обладает собственными характеристиками, такими как размер, форма, площадь поверхности, плотность и/или состав. Иногда материал хорошо перемешивается и характеристики показывают только случайные изменения относительно положения в объеме продукции и/или в зависимости от времени изготовления. Однако, более часто происходят сегрегация материала, связанная с его свободным перемещением, и/или изменения в производственном процессе. Это может привести к систематическому расхождению средних характеристик материала в разных положениях и в разное время. При репрезентативном отборе проб каждая из частиц в продукте в объеме должна характеризоваться одинаковой вероятностью того, что она будет отобрана в соответствующих пропорциях. В случае хорошо перемешанных материалов можно ограничиться одной пробой, взятой в необходимом количестве. Для большинства материалов ожидается некоторая степень сегрегации. В этом случае прибавки к пробе должны браться из разных положений или в разное время изготовления. Эти прибавки анализируются либо по отдельности, либо вместе в одной первичной пробе. В большинстве случаев не существует рецепта для репрезентативного отбора проб. Качество процедуры отбора проб может быть оценено только на основе результатов измерений. Часто первичная проба, собранная таким способом, оказывается слишком большой для определения требуемых характеристик. Тогда необходимо проводить деление пробы до тех пор, пока не будет получено соответствующее количество этой пробы, необходимое для испытания.

Общая ошибка выборки и деления пробы состоит из двух частей: фундаментальной ошибки и ошибки, обусловленной сегрегацией.

Фундаментальная ошибка связана с дискретной природой частиц, обусловленной их разными характеристиками. Фундаментальная ошибка является статистической ошибкой, связанной со случайными изменениями характеристик в зависимости от положения. Она представляет нижнее предельное значение общей ошибки выборки. Эта ошибка зависит от количества (числа частиц, массы) взятой пробы.

Ошибка, связанная с сегрегацией, зависит от степени сегрегации или от степени "расслоения" частиц в соответствии с их размерами, формой и плотностью. Это явление невозможно предсказать, а можно только оценить путем измерений проб, взятых из разных положений в объеме и в разное время изготовления. Такие измерения позволяют получить оценку ошибки, связанной с сегрегацией (см. 5.3).

В случае сложного поведения материалов на основе твердых частиц необходимо, чтобы полная процедура отбора и деления проб описывалась в плане отбора проб (см. Раздел 6).

5.2 Фундаментальная ошибка

5.2.1 Распределения по числу частиц $Q_0(x)$

Для распределений по размеру на основе числа частиц фундаментальная ошибка [выражаемая как вариация Var или как квадрат стандартного отклонения σ доли $Q_0(x_i)$ в любой точке x_i] может быть вычислена с использованием биномиальных распределений [1], [6]:

$$\text{Var}[Q_0(x_i)] = \sigma_{Q_0,i}^2 = Q_0(x_i)[1 - Q_0(x_i)]/n \quad (1)$$

Если число частиц, размеры которых соответствуют классу размеров или превышают определенный размер, мало по сравнению с общим числом частиц, учитываемом в измерениях, тогда статистика Пуассона может быть использована для оценивания вариации или стандартного отклонения:

$$\text{Var}(n_0) = \sigma(n_0)^2 = n_0 \quad (2)$$

Например, для числа частиц, размеры которых превышают размер x_{90} , имеем:

$$n_0 = [1 - Q_0(x_{90})]n \quad (3)$$

и, поскольку $Q_0(x_{90}) = 0,9$ или почти 1, Уравнения (1) и (3) приводят приблизительно к одинаковым результатам.

Если фундаментальная ошибка является единственной ошибкой, то минимальное число частиц n_{\min} , требуемое для получения установленного максимального отклонения ε_{\max} с установленной достоверностью, может быть определено по формулам:

$$\varepsilon_{\max} = z_c \sigma_{Q_0,i} = z_c \sqrt{Q_0(x_i)[1 - Q_0(x_i)]/n_{\min}} \quad (4)$$

или

$$n_{\min} = \{Q_0(x_i)[1 - Q_0(x_i)]\} z_c^2 / \varepsilon_{\max}^2 \quad (5)$$

где значение z_c является критическим z -значением, связанным с установленным доверительным уровнем в соответствии со стандартным нормальным распределением, и может быть получено из статистических таблиц.

Стандартное отклонение размера частиц x_i может быть вычислено по $\sigma_{Q_0,i}$ путем умножения обратного значения угла наклона интегрального распределения частиц по размерам в точке x_i :

$$\sigma_{x_i} = \sigma_{Q_0,i} dx_i/dQ_0(x_i) \quad (6)$$

Коэффициент вариации размера частиц x_i может быть вычислен по стандартному отклонению путем умножения на 100 и деления на x_i :

$$\text{CV}_{x_i} = 100 \sigma_{x_i}/x_i \quad (7)$$

5.2.2 Распределения на основе объема или массы $Q_3(x)$

Для распределений частиц по размерам на основе объема или массы общая фундаментальная ошибка является непростой. Один из способов определения указанной ошибки состоит в использовании программы составления электронных таблиц (например, программы Excel) для

преобразования измеренного распределения частиц по размерам на основе объема типичных проб в соответствующее распределение по числу частиц. Для этого должны использоваться принципы преобразования и уравнения, представленные в ISO 9276-2.

Эта оценка минимального количества пробы с учетом установленной фундаментальной минимальной ошибки должна всегда быть первым шагом процедуры отбора проб.

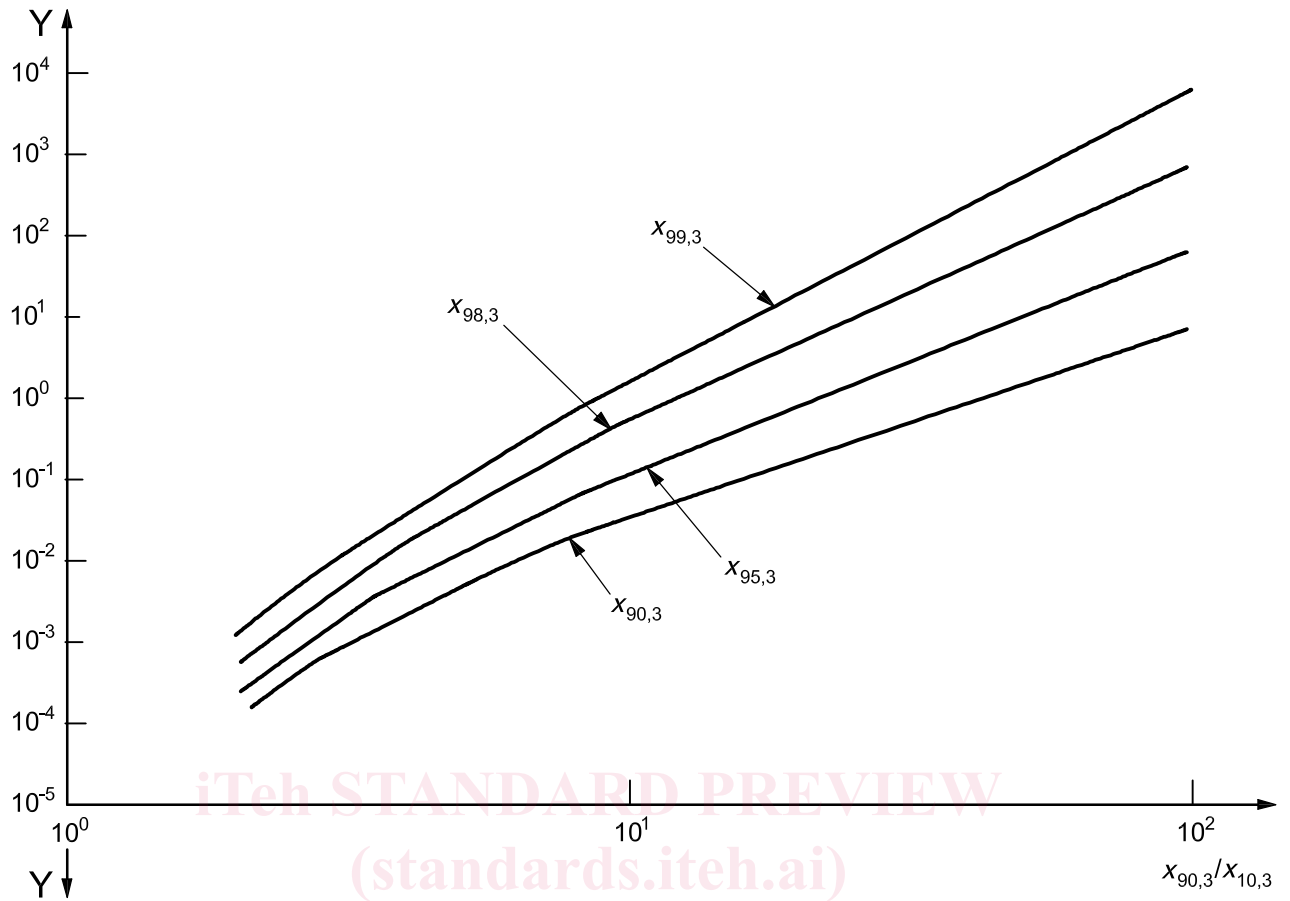
Как пример результатов таких вычислений, ниже представлены Рисунок 1 и Рисунок 2 для 1 %-ого коэффициента вариации размера частиц x для разных характеристических размеров как логарифмические нормальные распределения частиц по размерам. Вычисления проводились для распределений относительно среднего размера частиц, равного 30 мкм, при этом плотность материала равнялась 1 000 кг/м³. Подробное описание вычислений дается в Приложении В.

Рисунок 1 показывает, что для постоянного процентиля масса пробы, необходимая для достижения коэффициента вариации 1 %, увеличивается при увеличении ширины распределения частиц по размерам. Это увеличение составляет от приблизительно 10 мг до 1 кг, в то время как отношение значений ширины распределения ($x_{90,3}/x_{10,3}$) возрастает от 2 до 100. Требуемая масса пробы также увеличивается, если фундаментальная ошибка сохраняется для процентилей даже ближе к максимальному предельному значению распределения ($x_{90,3}$, $x_{95,3}$, $x_{98,3}$ и $x_{99,3}$). В случае распределения по массе следует отметить, что в 10 раз большее значение среднего размера частиц соответствует в 1000 раз большему значению массы пробы и наоборот. Также отметим, что приемка 10 раз большего значения коэффициента вариации в фундаментальной ошибке соответствует в 100 раз меньшему значению массы пробы.

Рисунок 2 показывает, что при больших значениях отношения значений ширины распределения для обеспечения ошибки ниже её целевого значения, соответствующего 1 %-ому коэффициенту вариации, должно быть подсчитано большее число частиц. В случае очень узкого распределения частиц по размерам подсчет нескольких сотен частиц – это все, что требуется. Однако в случае очень широких распределений необходимо оценить и подсчитать более 10 000 000 частиц.

[ISO 14488:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc7323fd-4ec7-44fc-9aca-7575b1a77a35/iso-14488-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc7323fd-4ec7-44fc-9aca-7575b1a77a35/iso-14488-2007>

**Обозначение**

Y — минимальная масса пробы (г)

ISO 14488:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc7323fd-4ec7-44fc-9aca-7575b1a77a35/iso-14488-2007>

Рисунок 1 – Минимальная масса пробы для фундаментальной ошибки (FE), равной 1 %