

Министерство образования Российской Федерации
Санкт-Петербургский государственный технологический институт
(технический университет)

Кафедра высокоэнергетических процессов

Д. В. Королев, К. А. Суворов

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИСПЕРСНОГО СОСТАВА
ПОРОШКОВ МИКРОСКОПИЧЕСКИМ
МЕТОДОМ**

Методические указания к лабораторной работе

Санкт-Петербург

2002

УДК 662.5

Королев Д. В., Суворов К. А.. Определение дисперсного состава порошков микроскопическим методом. Методические указания к лабораторной работе. СПб., СПбГТИ(ТУ), 2002. — 24 с.

В методических указаниях описана методика определения дисперсного состава порошков микроскопическим методом. Изложение материала пояснено примерами конкретных расчетов.

Методические указания предназначены для студентов III—VI курсов кафедры высокоэнергетических процессов. Могут быть полезны студентам, аспирантам, преподавателям и научным сотрудникам, специализирующимся в области порошковой металлургии, композиционных материалов, кристаллографии и дефектоскопии.

Илл. 4

Рецензент: канд. хим. наук. доцент Долгушев Н. В.

Утверждены на заседании учебно-методической комиссии факультета наукоемких технологий 10.06.2002.

Рекомендованы к изданию РИСо СПбГТИ(ТУ).

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
1. ОПИСАНИЕ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ	5
1.1. Методы определения дисперсного состава порошков.....	5
1.2. Функции распределения и их графическое изображение.....	5
1.3. Статистические распределения, используемые для описания фракционного состава порошков	7
1.4. Расчет параметров статистических распределений	9
2. ХОД АНАЛИЗА И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ.....	16
2.1. Подготовка проб порошков	16
2.2. Рекомендации по выбору увеличения и измерению размеров частиц	17
2.3. Последовательность выполнения работы.....	19
2.4. Составление отчета о лабораторной работе.....	20
2.5. Пример отчета о лабораторной работе	20
3. ПРИМЕНЕНИЕ УСТАНОВКИ АВТОМАТИЗИРОВАННОГО АНАЛИЗА.....	22
3.1. Описание установки	22
3.2. Последовательность выполнения работы.....	23
ЛИТЕРАТУРА	24
ПРИЛОЖЕНИЕ 1	25
ПРИЛОЖЕНИЕ 2	27

ВВЕДЕНИЕ

Порошкообразные материалы применяются во многих отраслях промышленности. Порошки получают механическим измельчением, распылением расплава, химическими и электрохимическими методами.

Степень дисперсности порошкообразных материалов наиболее полно характеризует дисперсный состав. С помощью дисперсного состава можно определить наименьший, наибольший, средний размер частиц, удельную поверхность и прочие характеристики порошкообразного материала.

1. ОПИСАНИЕ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

1.1. Методы определения дисперсного состава порошков

В настоящее время существует несколько методов определения дисперсности порошков [3-6]. Согласно принятой классификации [6] эти методы можно разделить на группы:

- механическое разделение частиц, включающее ситовый и фильтрационный анализ;
- седиментационный анализ, включающий пофракционное осаждение, отмучивание, накопление осадка, отбор весовых проб;
- динамические методы, основанные на сепарации в потоке в вертикальных сосудах и центробежных аппаратах;
- индивидуальное изучение частиц, включающее микроскопический и ультрамикроскопический анализ;
- определение удельной поверхности, включающее адсорбционный метод, метод скорости растворения и др.

Наиболее распространенными методами экспресс-анализа дисперсного состава порошков являются ситовый и микроскопический [3].

1.2. Функции распределения и их графическое изображение

Порошки, как продукты измельчения материалов, состоят из частиц, имеющих неправильную геометрическую форму и разные размеры.

Дисперсный состав измельченного материала удобно описывать функцией распределения $D(\delta)$ массы материала по диаметрам частиц или связанной с ней функцией $R(\delta)$. Функция $D(\delta)$ равна выраженному в процентах или в долях отношению всех частиц, диаметр которых меньше δ , к общей массе материала. Функция $R(\delta)$ определяется как выраженное в процентах отношение массы всех частиц, диаметр которых больше δ , к

общей массе материала. Пояснить это можно следующим примером. Кривая D - процент материала, прошедший сквозь сито с ячейкой δ , а кривая R - остаток на сите. При этом выполняется соотношение:

$$D+R=100\%. \quad (1)$$

Графически функции распределения изображаются в виде кривых распределения. По оси абсцисс откладываются значения диаметра частиц δ , а по оси ординат процентное содержание всех частиц, диаметр которых больше или меньше δ , т.е. значения функций $R(\delta)$ или $D(\delta)$ (рис.1).

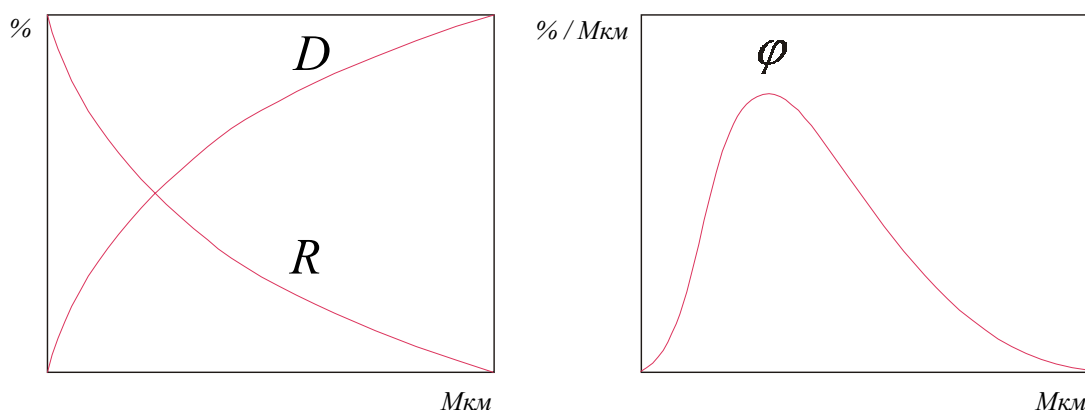


Рис. 1. Общий вид функций D , R , φ

Дифференцирование функции распределения $D(\delta)$ по δ дает функцию плотности распределения $\varphi(\delta)$

$$\varphi(\delta) = dD(\delta)/d\delta = -dR(\delta)/d\delta. \quad (2)$$

При этом выполняется соотношение

$$\int_{\delta_{\min}}^{\delta_{\max}} \varphi(\delta) d\delta = D(\delta_{\max}) - D(\delta_{\min}). \quad (3)$$

Кривые распределения D и R могут быть получены путем последовательного суммирования и накопления процентного содержания частиц различных размеров.

Процентные содержания отдельных фракций, полученных в результате анализа, изображаются в виде гистограммы (рис. 2), которая дает наглядное представление о дисперсном составе порошкообразного материала. По оси абсцисс откладываются размеры частиц, а по оси ординат — относительные содержания фракций, т.е. процентное содержание каждой фракции, отнесенное к массе всего материала.

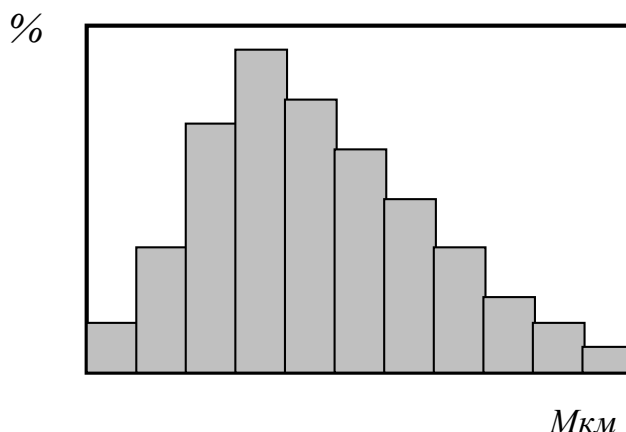


Рис. 2. Общий вид гистограммы

Для аналитического описания кривых распределения и плотности распределения однокомпонентных измельченных материалов применяются различные формулы, которые получаются по результатам анализа дисперсного состава. Они могут быть одно-, двух- и трехпараметрическими и могут быть разделены на теоретические и эмпирические [6].

1.3. Статистические распределения, используемые для описания фракционного состава порошков

Для описания фракционного состава порошков на практике применяются лишь четыре формулы — Годена-Андреева, Розина Раммлера нормального и логарифмически нормального законов распределения [6].

Формула Годена-Андреева выведена на основе обобщения результатов ситового анализа различных минералов, измельченных на различном производственном оборудовании и имеет вид

$$D(\delta) = 0,8 \left(\frac{\delta}{A} \right)^l. \quad (4)$$

Параметр l — характеризует направление и степень изгиба кривой распределения: при $l=1$ кривая превращается в прямую линию; при $l<1$ кривая $D(\delta)$ выпуклая; при $l>1$ кривая $D(\delta)$ вогнутая.

При ее дифференцировании получается функция плотности распределения

$$\varphi(\delta) = 0,8l \frac{1}{A^l} \delta^{l-1} \quad (5)$$

В формуле Розина-Раммлера при рассмотрении распределения частиц по размерам в измельченных материалах как статистической совокупности кривые распределения по данным ситовых анализов могут быть выражены уравнением [6]

$$D(\delta) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\delta}{B}\right)^A\right], \quad (6)$$

где A и B — постоянные, легко определяемые в логарифмической форме этого уравнения по опытным данным.

Из этого уравнения следует, что плотность распределения массы по диаметрам определяется формулой

$$\varphi(\delta) = \frac{A}{\delta} \left(\frac{\delta}{B}\right)^{A-1} \exp\left[-\left(\frac{\delta}{B}\right)^A\right]. \quad (7)$$

Если $A < 1$, то при $\delta \rightarrow 0$ плотность распределения $\varphi(\delta) \rightarrow \infty$, хотя $D(\delta)$ при $\delta = 0$ остается конечной. Поэтому при $A < 1$ данная формула не дает правильного описания распределения очень мелких фракций.

Нормальное распределение это нормальная Гауссова функция, имеющая следующий вид

$$D(\delta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \int_{-\infty}^{\delta} \exp\left[-\frac{(\delta - \delta_{50})^2}{2\sigma^2}\right] d\delta, \quad (8)$$

где δ_{50} — медиана распределения; σ — среднеквадратическое отклонение диаметров от их среднего значения.

Дифференцирование функции распределения $D(\delta)$ по δ дает функцию плотности распределения

$$\varphi(\delta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \exp\left[-\frac{(\delta - \delta_{50})^2}{2\sigma^2}\right] = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} F(t), \quad (9)$$

где $0 < \delta < \infty$; $F(t) = \exp(-t^2/2)/\sqrt{2\pi}$, t — нормированная нормально распределенная величина, которую можно найти в справочнике.

Логарифмически нормальное распределение (ЛНР) получается, если в нормальную Гауссову функцию распределения подставить в качестве аргумента не диаметр частиц, а логарифм диаметра.

Функция ЛНР по диаметрам частиц имеет вид:

$$D(\delta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi \ln(\sigma)}} \int_{-\infty}^{\ln(\delta)} \exp\left[-\frac{(\ln(\delta) - \ln(\delta_{50}))^2}{2\ln^2(\sigma)}\right] d\ln(\delta), \quad (10)$$

где δ_{50} — медиана распределения; $\ln(\sigma)$ — среднеквадратическое отклонение логарифмов диаметров от их среднего значения.

Дифференцирование функции распределения $D(\delta)$ по δ дает функцию плотности распределения

$$\varphi(\delta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \delta \ln(\sigma)} \exp\left[-\frac{(\ln(\delta) - \ln(\delta_{50}))^2}{2\ln^2(\sigma)}\right] = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \delta \ln(\sigma)} F(t), \quad (11)$$

где $0 < \delta < \infty$; $F(t) = \exp(-t^2/2)/\sqrt{2\pi}$.

Если распределение массы частиц по размерам подчиняется логарифмически нормальному закону, то ему же будут подчинены и численное распределение частиц по размерам и удельная поверхность [6].

1.4. Расчет параметров статистических распределений

Наиболее точную оценку параметров, входящих в формулы описания распределения частиц по размерам можно получить методом наименьших квадратов из кривой $D(\delta)$. Для этого уравнения (4, 6, 8, 10) необходимо представить в линейном виде

$$y = a + bx, \quad (12)$$

Интегральную формулу Годена-Андреева можно привести к линейному виду путем логарифмирования

$$\ln(D(\delta)) = (\ln(0,8) - l \ln(A)) + l \ln(\delta), \quad (13)$$

Производя замену переменных для получения уравнения (12) получаем

$$y = \ln(D(\delta)), \quad a = (\ln(0,8) - l \ln(A)), \quad b = l, \quad x = \ln(\delta).$$

При решении полученного уравнения методом наименьших квадратов можно получить параметры формулы Годена-Андреева

$$l = b, \quad (14)$$

$$A = \frac{\ln(0,8) - a}{l}.$$

Интегральную формулу Розина-Раммлера можно привести к линейному виду путем двойного логарифмирования

$$\ln(-\ln(1 - D(\delta))) = -A \ln(B) + A \ln(\delta). \quad (15)$$

Производя замену переменных для получения уравнения (12) получаем

$$y = \ln(-\ln(1 - D(\delta))), \quad b = A, \quad a = -A \ln(B).$$

При решении полученного уравнения методом наименьших квадратов можно получить параметры формулы Розина-Раммлера

$$A = b, \quad (16)$$

$$B = \exp\left(\frac{-a}{A}\right),$$

Уравнение нормального закона распределения линейно в координатах

$$D(\delta) = \delta_{50} + \sigma t, \quad (16)$$

В данном уравнении не требуется замена переменных, поскольку параметры ищутся в явном виде.

Уравнение логарифмически нормального закона распределения линейно в координатах

$$\ln(D(\delta)) = \ln(\delta_{50}) + \ln(\sigma)t, \quad (16)$$

В данном уравнении также не требуется замена переменных.

Для приведенного метода расчета можно использовать программу электронных таблиц Microsoft Excel, в которой реализованы следующие полезные функции

- для вычисления величины t предназначена функция $\text{НОРМСТОБР}(D(\delta))$;
- вычисление коэффициентов линейного уравнения:

для коэффициента a функция ОТРЕЗОК($Y1:YN;X1:XN$),

для коэффициента b функция НАКЛОН($Y1:YN;X1:XN$).

Примеры расчета коэффициентов уравнений приведены в таблицах 1—4.

Таблица 1

Определение параметров формулы Годена-Андреева по
экспериментальным данным

δ , мкм	n	Нарас- тающий итог	$D(\delta)$	$\ln(\delta)$	$\ln(D)$	$D(\delta)$	$\varphi(\delta)$	$\Delta(D)$
						расчет		
3	4	4	0,0063	1,0986	-5,0720	0,0094	0,0090	0,0031
4	8	12	0,0188	1,3863	-3,9734	0,0214	0,0153	0,0026
5	22	34	0,0533	1,6094	-2,9320	0,0405	0,0232	0,0128
6	19	53	0,0831	1,7918	-2,4880	0,0683	0,0327	0,0147
7	21	74	0,1160	1,9459	-2,1543	0,1063	0,0435	0,0097
8	25	99	0,1552	2,0794	-1,8632	0,1559	0,0559	0,0007
9	57	156	0,2445	2,1972	-1,4085	0,2185	0,0696	0,0260
10	63	219	0,3433	2,3026	-1,0693	0,2956	0,0847	0,0477
11	82	301	0,4718	2,3979	-0,7512	0,3884	0,1012	0,0834
12	67	368	0,5768	2,4849	-0,5503	0,4984	0,1191	0,0784
13	61	429	0,6724	2,5649	-0,3969	0,6270	0,1382	0,0454
14	41	470	0,7367	2,6391	-0,3056	0,7754	0,1588	0,0387
15	77	547	0,8574	2,7081	-0,1539	0,9449	0,1806	0,0875
16	44	591	0,9263	2,7726	-0,0765	1,1369	0,2037	0,2106
17	23	614	0,9624	2,8332	-0,0383	1,3527	0,2281	0,3903
40	24	638	1,0000	—	—	—	—	—
Сум- ма=	638							1,0516

$A = 14,1536; l = 2,8664.$

Таблица 2

Определение параметров формулы Розина-Раммлера по
экспериментальным данным

δ , мкм	n	Нарас- тающий итог	$D(\delta)$	$\ln(\delta)$	$\ln(-\ln(1-D))$	$D(\delta)$	$\varphi(\delta)$	$\Delta(D)$
						расчет		
3	4	4	0,0063	1,0986	-5,0689	0,0068	0,0079	0,0006
4	8	12	0,0188	1,3863	-3,9640	0,0185	0,0160	0,0003
5	22	34	0,0533	1,6094	-2,9047	0,0399	0,0273	0,0134
6	19	53	0,0831	1,7918	-2,4450	0,0741	0,0414	0,0090
7	21	74	0,1160	1,9459	-2,0933	0,1234	0,0575	0,0074
8	25	99	0,1552	2,0794	-1,7801	0,1892	0,0741	0,0340
9	57	156	0,2445	2,1972	-1,2716	0,2711	0,0893	0,0266
10	63	219	0,3433	2,3026	-0,8664	0,3665	0,1008	0,0233
11	82	301	0,4718	2,3979	-0,4490	0,4709	0,1067	0,0009
12	67	368	0,5768	2,4849	-0,1509	0,5777	0,1058	0,0009
13	61	429	0,6724	2,5649	0,1098	0,6800	0,0978	0,0076
14	41	470	0,7367	2,6391	0,2885	0,7713	0,0840	0,0346
15	77	547	0,8574	2,7081	0,6665	0,8469	0,0668	0,0105
16	44	591	0,9263	2,7726	0,9587	0,9046	0,0488	0,0217
17	23	614	0,9624	2,8332	1,1879	0,9451	0,0327	0,0172
40	24	638	1,0000	—	—	—	—	—
Сумма	638							0,2080

=

$$a = 12,5224; b = 3,4862.$$

Таблица 3

Определение параметров нормального распределения по
экспериментальным данным

δ , мкм	n	Нарас- тающий итог	$D(\underline{\delta})$	t	$D(\delta)$	$\varphi(\delta)$	$\Delta(D)$
					расчет		
3	4	4	0,0063	-2,4966	0,0086	0,0067	0,0023
4	8	12	0,0188	-2,0790	0,0181	0,0129	0,0007
5	22	34	0,0533	-1,6137	0,0356	0,0226	0,0177
6	19	53	0,0831	-1,3847	0,0648	0,0366	0,0183
7	21	74	0,1160	-1,1953	0,1100	0,0544	0,0060
8	25	99	0,1552	-1,0145	0,1743	0,0744	0,0192
9	57	156	0,2445	-0,6919	0,2585	0,0935	0,0140
10	63	219	0,3433	-0,4036	0,3599	0,1082	0,0167
11	82	301	0,4718	-0,0708	0,4723	0,1151	0,0005
12	67	368	0,5768	0,1937	0,5870	0,1126	0,0102
13	61	429	0,6724	0,4466	0,6946	0,1014	0,0222
14	41	470	0,7367	0,6331	0,7876	0,0839	0,0510
15	77	547	0,8574	1,0686	0,8616	0,0639	0,0042
16	44	591	0,9263	1,4490	0,9157	0,0447	0,0106
17	23	614	0,9624	1,7790	0,9521	0,0288	0,0102
40	24	638	1,0000	-	-	-	-
Сум- ма=	638						0,203801

$$\delta_{50} = 11,2401; \sigma = 3,4574.$$

Таблица 4

Определение параметров логарифмически нормального распределения по экспериментальным данным

δ , мкм	n	Нарас- тающий итог	$D(\delta)$	$\ln(\delta)$	t	$D(\delta)$	$\varphi(\delta)$	$\Delta(D)$
						расчет		
3	4	4	0,0063	1,0986	-2,4966	0,000974	0,0028	0,0053
4	8	12	0,0188	1,3863	-2,0790	0,008794	0,0150	0,0100
5	22	34	0,0533	1,6094	-1,6137	0,034929	0,0388	0,0184
6	19	53	0,0831	1,7918	-1,3847	0,087844	0,0669	0,0048
7	21	74	0,1160	1,9459	-1,1953	0,166935	0,0899	0,0509
8	25	99	0,1552	2,0794	-1,0145	0,26421	0,1028	0,1090
9	57	156	0,2445	2,1972	-0,6919	0,36915	0,1055	0,1246
10	63	219	0,3433	2,3026	-0,4036	0,472476	0,1001	0,1292
11	82	301	0,4718	2,3979	-0,0708	0,567782	0,0899	0,0960
12	67	368	0,5768	2,4849	0,1937	0,651594	0,0775	0,0748
13	61	429	0,6724	2,5649	0,4466	0,722738	0,0648	0,0503
14	41	470	0,7367	2,6391	0,6331	0,781548	0,0530	0,0449
15	77	547	0,8574	2,7081	1,0686	0,829198	0,0426	0,0282
16	44	591	0,9263	2,7726	1,4490	0,867224	0,0338	0,0591
17	23	614	0,9624	2,8332	1,7790	0,897222	0,0265	0,0652
40	24	638	1,0000	—	—	—	—	—
Сум- ма=	638							0,8710

$$\ln \delta_{50} = 2,3500; \ln \sigma = 0,3975$$

Более простым методом определения параметров логарифмически нормального распределения является метод, приведенный в ГОСТ 11.009-79 [2]. Он применим для обработки данных микроскопического анализа и не требует предварительного фракционирования результатов анализа.

Для получения параметров распределения числа частиц порошка по размерам необходимо произвести расчет по следующим формулам

$$\lg(\delta_{50}) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \lg(\delta_i), \quad (13)$$

$$\lg^2(\sigma) = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (\lg(\delta_i) - \lg(\delta_{50}))^2, \quad (14)$$

$$\lg(\sigma) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (\lg(\delta_i) - \lg(\delta_{50}))^2}. \quad (15)$$

Можно получить доверительные границы для параметров $\lg(\delta_{50})$ и $\lg(\sigma)$

$$(\lg(\delta_{50}))_{low} = \lg(\delta_{50}) - \frac{t_{\gamma} \lg(\sigma)}{\sqrt{n}}, \quad (16)$$

$$(\lg(\delta_{50}))_{high} = \lg(\delta_{50}) + \frac{t_{\gamma} \lg(\sigma)}{\sqrt{n}}, \quad (17)$$

где t_{γ} - коэффициент Стьюдента, определяемый ГОСТ 11.009-79 в зависимости от односторонней доверительной вероятности γ .

$$(\lg(\sigma))_{low} = z_{low} \lg(\sigma), \quad (18)$$

$$(\lg(\sigma))_{high} = z_{high} \lg(\sigma), \quad (19)$$

где z_{low} и z_{high} находят по ГОСТ 11.009-79 в зависимости от односторонней доверительной вероятности γ .

При определении доверительного интервала для заданной двусторонней доверительной вероятности γ^* , определяют одностороннюю доверительную вероятность γ по формуле

$$\gamma = \frac{1 + \gamma^*}{2}. \quad (20)$$

2. ХОД АНАЛИЗА И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

2.1. Подготовка проб порошков

Пробу исследуемого порошка после тщательного перемешивания помещают в виде монослоя на предметное стекло. Для исключения агрегирования частиц и их слипания допускается легкое механическое растирание или жидкое диспергирование с использованием поверхностно-активных веществ, подбираемых индивидуально для различных порошков [1].

Примером диспергирующей жидкости может служить вода, содержащая 1—2% поверхностно-активных веществ, а также глицерин по ГОСТ 6259—75, парафиновое масло, иммерсионное (кедровое) масло по ГОСТ 13739—78. Для закрепления частиц возможно применение пленкообразующего быстросохнущего 4%-ного раствора коллодия в амилацетате.

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

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

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

— не более 150 частиц при автоматическом измерении по микроскопическому изображению. При этом расстояние между частицами должно быть не меньше размера большей из соседствующих между собой частиц.

При несоблюдении этих условий приготовление микроскопического препарата повторяют.

2.2. Рекомендации по выбору увеличения и измерению размеров частиц

Размеры частиц измеряют при непрерывном передвижении препарата или при наблюдении отдельных полей зрения. Отдельные поля зрения выбирают на пробе исследуемого порошка, перемещая его на величину, большую диагонали прямоугольника или диаметра круга, ограничивающего поле зрения. Площадь, на которой проводят измерения и счет частиц, равна: при непрерывном передвижении препарата — длине линейки окуляра, умноженной на длину пути, пройденного препаратом от начала до конца процедуры измерения; при наблюдении отдельных полей зрения — сумме их площадей.

Частицу считают принадлежащей к рассматриваемому полю, если она находится на одной из половинок границ поля. Например, в случае прямоугольника учитывают частицы, находящиеся внутри его, на левой вертикальной и верхней горизонтальной сторонах, на пересечении этих сторон и на другом конце одной из них. Частицы, находящиеся на остальных сторонах и в углах, не учитывают. В случае круга учитывают все частицы, находящиеся внутри его, а также все частицы, находящиеся на одной полуокружности и на одном конце проведенного диаметра (рис. 3. а, б).

При непрерывном передвижении микроскопического препарата измерительной линейкой служит вертикальная сторона прямоугольника или вертикальная линия микрометрической шкалы окуляра. Учитывают частицы, центры которых проходят через длину линейки, не пропуская ни одной. Не учитывают те частицы, центры которых проходят вне линейки, хотя частично они могут проходить через концевые точки линейки (рис. 3. в).

Измерение частиц на отдельных полях зрения производят с помощью линейки на матовом стекле, на экране проектора или на микроскопических снимках. Линейку перед применением следует проградуировать с

помощью объект-микрометра. Измеряют максимальную хорду частиц в горизонтальном или вертикальном направлениях.

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

Все измерения проводят при трех увеличениях или менее.

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

Результаты измерений при разных увеличениях соответственно пересчитывают.

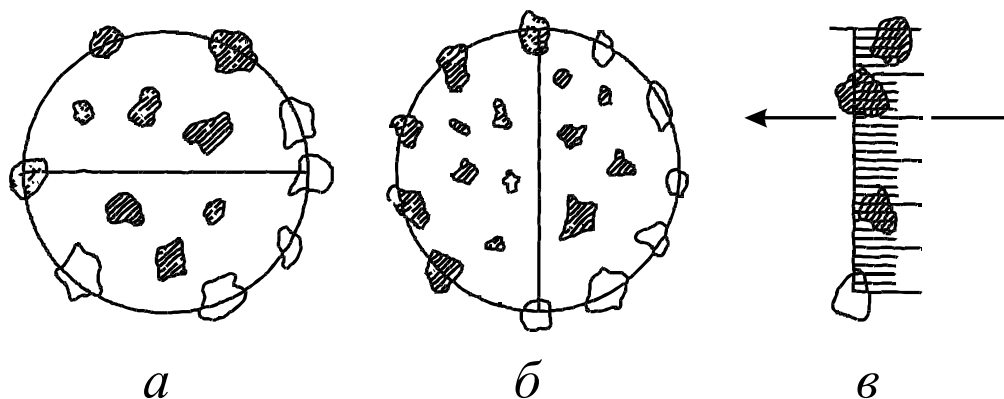


Рис. 3. К измерению размеров частиц: а, б — в отдельных полях зрения; в — при непрерывном перемещении

Под расчетным количеством частиц понимают количество частиц, отнесенное к одному выбранному увеличению и рассчитанное по формуле (для трех увеличений)

$$N_{pac} = \sum_{i=1}^{l_6} N_{6i} + \sum_{i=1}^{l_{cp}} N_{cpi} \left(\frac{F_{cp}}{F_6} \right)^2 + \sum_{i=1}^{l_m} N_{mi} \left(\frac{F_m}{F_6} \right)^2, \quad (21)$$

где N_{6i} — количество частиц i -го класса, измеренных при большем увеличении;

N_{cpi} — количество частиц i -го класса, измеренных при среднем увеличении;

N_{mi} — количество частиц i -го класса, измеренных при малом увеличении;

$F_{\bar{o}}$ — большое увеличение;

F_{cp} — среднее увеличение;

F_m — малое увеличение.

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

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

2.3. Последовательность выполнения работы

Работу следует производить в следующем порядке.

- 1.Подготовить пробу порошка (см. п. 2.1).
- 2.Настроить резкость микроскопа.
- 3.Произвести определение разметов частиц (не менее 100) в соответствии рекомендациями п. 2.2.
- 4.Сгруппировать данные и произвести статистические расчеты согласно п. 1.4.
- 5.Оформить отчет о лабораторной работе.

Примечание: группировку данных следует проводить в порядке.

- 1.Определить максимальный и минимальный размер (D_{min}) измеренных (D_{max}) частиц.
- 2.Рассчитать размер столбцов гистограммы $h = (D_{max} - D_{min})/N$, где N — число столбцов гистограммы (обычно при ручном счете $N = 10$).
- 3.Рассчитать интервалы гистограммы $D_{i+1} = D_i + h$.

4. Сгруппировать данные по следующему принципу: если размер частицы попадает в интервал гистограммы ($D_i > D \geq D_{i+1}$) то к числу частиц в этом интервале прибавить 1 ($N(D_i) = N(D_i) + 1$).

2.4. Составление отчета о лабораторной работе

Отчет о лабораторной работе должен содержать следующие пункты.

1. Задание на лабораторную работу.
2. Описание установки.
3. Таблицу сгруппированных данных дисперсного состава порошка.
4. Результаты статистических расчетов.
5. Гистограммы и графики интегральной и дифференциальной кривых распределения частиц по размерам.

2.5. Пример отчета о лабораторной работе

Задание: определить дисперсный состав порошка марки: ПА-4.

Здесь следует привести описание установки и описание метода определения дисперсного состава.

Результаты статистических расчетов:

Параметры распределения по формуле Годена

$$l=0,608$$

$$a=112,000 \text{ мкм}$$

$$\text{Интегральная оценка погрешности } Q=0,243$$

Параметры распределения по формуле Розина-Раммлера

$$a=1,440$$

$$b=56,300 \text{ мкм}$$

$$\text{Интегральная оценка погрешности } Q=0,017$$

Параметры распределения по Логарифмически Нормальному закону

$$\sigma=1,850$$

$$D_{50}=40,800 \text{ мкм}$$

Интегральная оценка погрешности $Q=0,002$

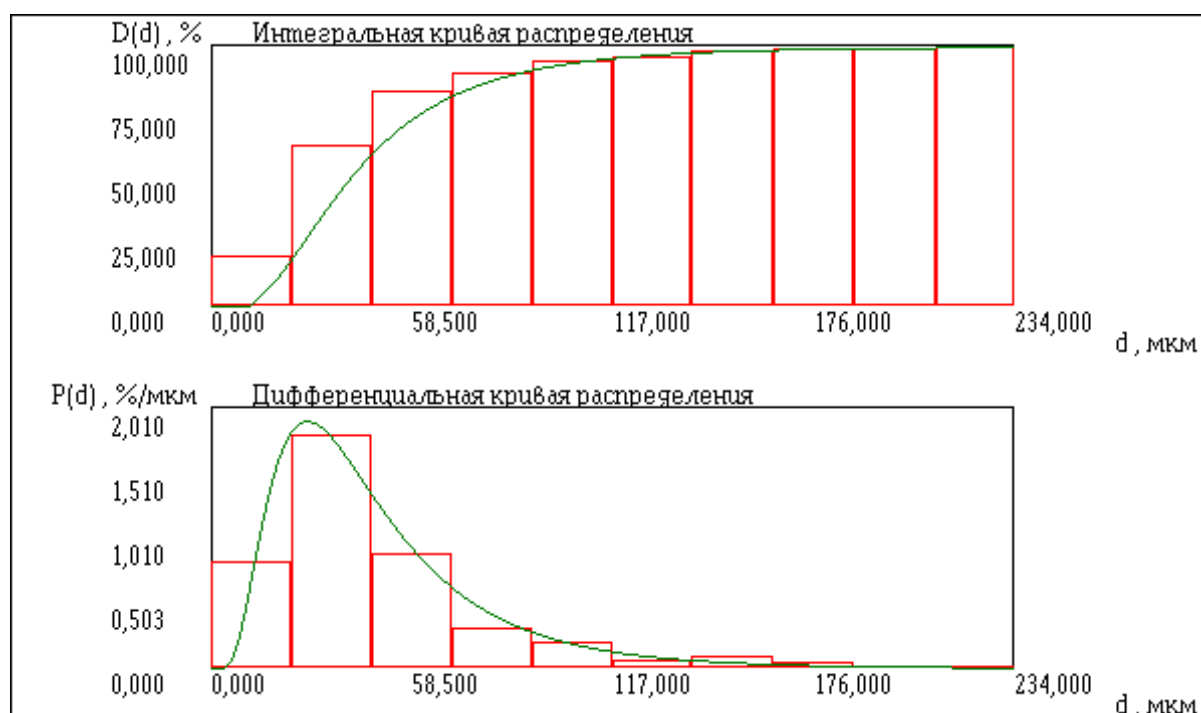
Данные описываются Логарифмически нормальным законом

Таблица

Дисперсный состав порошка марки ПА-4

№ п/п	Интервал, мкм	Число частиц
1	0 — 23.4	40
2	23.4 — 46.8	88
3	46.8 — 70.2	43
4	70.2 — 93.6	15
5	93.6 — 117	10
6	117 — 140	3
7	140 — 164	5
8	164 — 187	2
9	187 — 234	7

Графики интегральной и дифференциальной кривых распределения



3. ПРИМЕНЕНИЕ УСТАНОВКИ АВТОМАТИЗИРОВАННОГО АНАЛИЗА

3.1. Описание установки

Схема установки для автоматического определения дисперсного состава порошков показана на рис. 4.

Изображение при помощи объектива микроскопа попадает в видеокамеру, где преобразуется в видеосигнал. Этот сигнал поступает в компьютер на плату оцифровки, преобразуется в растровое изображение и сохраняется в буфере обмена при помощи программы VideoCap (см. Приложение 1). В программе Little 2 создается новый графический файл и в него вставляется изображение из буфера обмена (см. Приложение 2). Далее графический файл обрабатывается при помощи программы Little 2.

Обработка полученных данных о размерах частиц проводится либо вручную, либо при помощи программы Little 2.

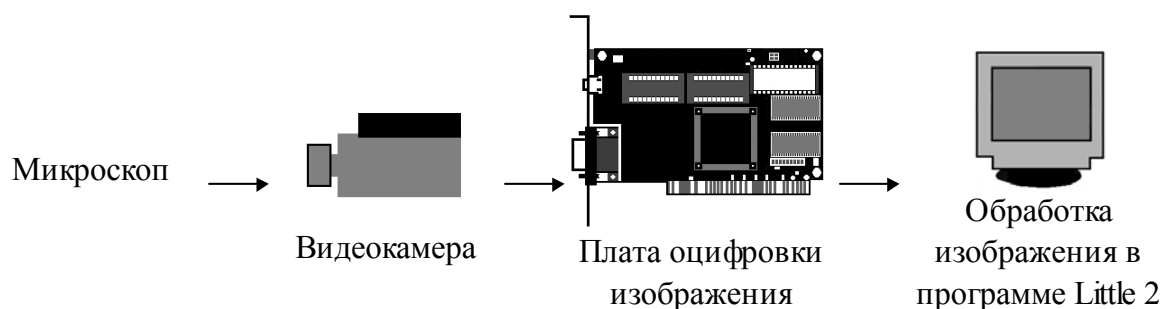


Рис. 4. Схема установка для автоматизированного определения дисперсного состава порошков

3.2. Последовательность выполнения работы

Работу следует производить в следующем порядке.

- 5.Подготовить пробу порошка (см. п. 2.1).
- 6.Настроить резкость микроскопа.
- 7.Запустить программы VideoCap и Little 2.
- 8.Произвести калибровку в программе Little 2 (см. Приложение 2).
- 9.Произвести настройку яркости изображения.
- 10.Произвести съемку и обработку нескольких кадров (см. рекомендации п. 2.2).
- 11.Если обработка изображений в автоматическом режиме не дает результатов — произвести измерения в режиме «ручные измерения» (см. рекомендации п. 2.2).
- 12.Сгруппировать данные и произвести статистические расчеты вручную, либо при помощи программы Little 2.
- 13.Оформить отчет о лабораторной работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 23402-78. Порошки металлические. Определение размеров частиц. — М.: Изд-во стандартов, 1986.— 14 с.
2. ГОСТ 11.009-79. Правила определения оценок и доверительных границ для параметров логарифмически нормального распределения. — М.: Изд-во стандартов, . — с.
3. Порошковая металлургия и напыленные покрытия: Учебник для вузов./В. Н. Анциферов, Г. В. Бобров, Л. К. Дружинин и др.— М.: Металлургия, 1987.— 792 с.
4. Мизонов В. Е., Ушаков С. Г. Аэродинамическая классификация порошков.— М.: Химия, 1989.— 160 с.
5. Райст П. Аэрозоли. Введение в теорию: Пер. с англ.— М.: Мир, 1987.— 280 с.
6. Коузов П. А. Основы анализа дисперсного состава промышленных пылей и измельченных материалов.— Л.: Химия, 1987.— 264 с.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПРОГРАММЫ VIDEOCAP

Для запуска программы необходимо осуществить последовательность операций (рис. 1).

1. Нажать кнопку пуск на главной панели Windows.
2. Выбрать пункт «Программы».
3. В раскрывшемся списке выбрать пункт «Miro video DC20 plus».
4. В раскрывшемся списке выбрать пункт «VideoCap».

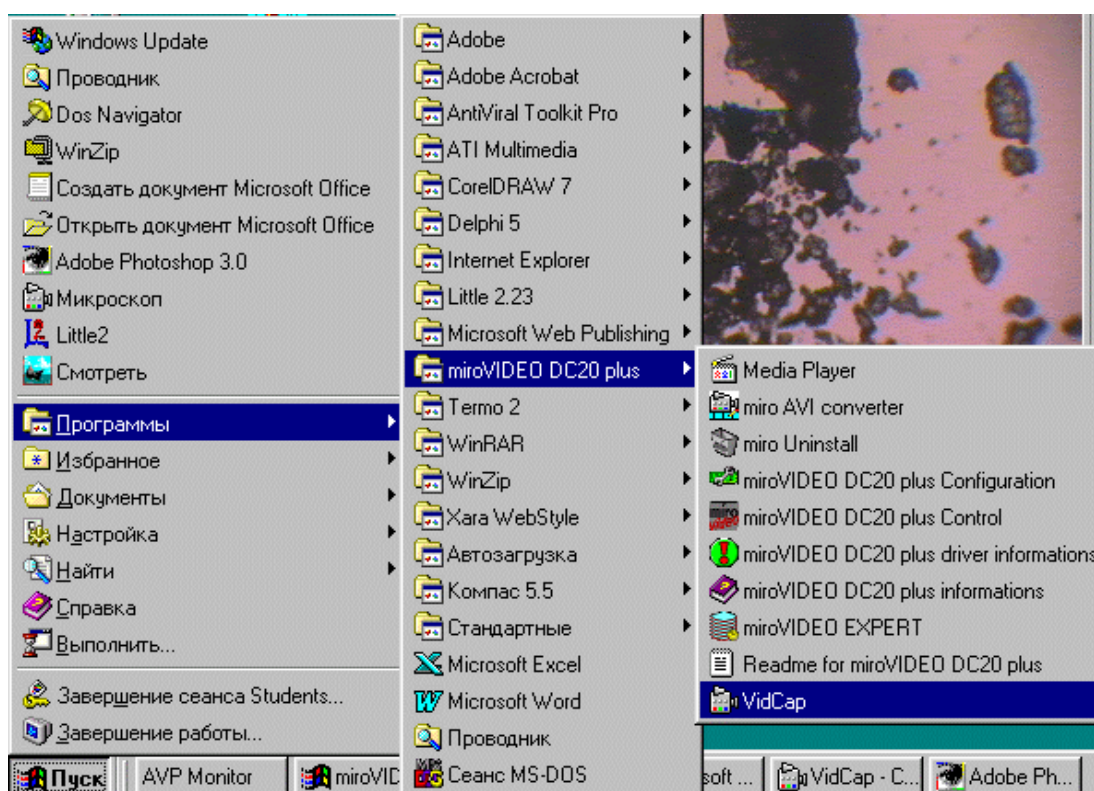


Рис. 1. Запуск программы VideoCap

Для копирования выбранного изображения в буфер обмена необходимо в главном окне программы VideoCap воспользоваться командой «Сору» из меню «Edit» рис. 2.

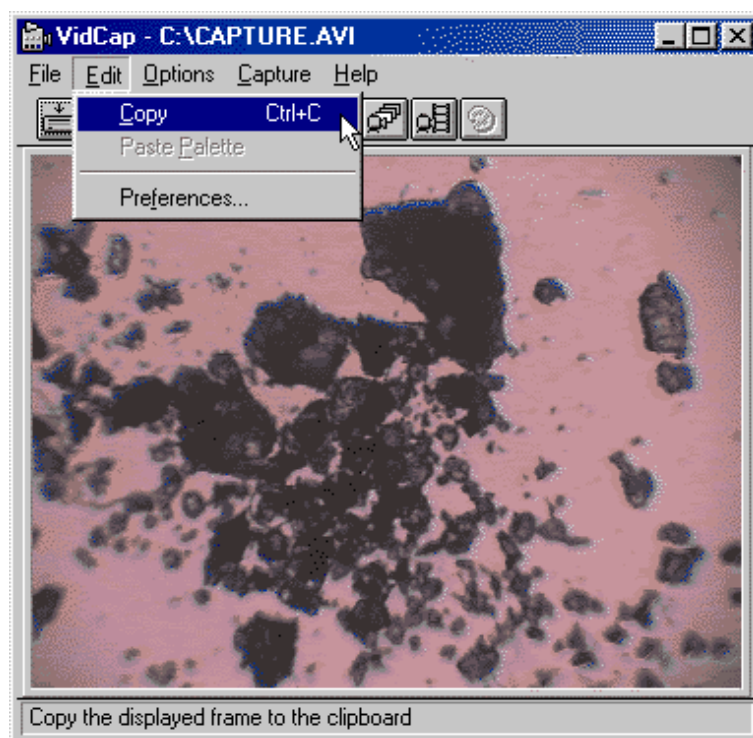


Рис. 2. Сохранение изображения в буфере обмена

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПРОГРАММЫ LITTLE 2

Для запуска программы необходимо осуществить последовательность операций (рис. 1).

5. Нажать кнопку пуск на главной панели Windows.
6. Выбрать пункт «Программы».
7. В раскрывшемся списке выбрать пункт «Little 2».
8. В раскрывшемся списке выбрать пункт «Little 2».

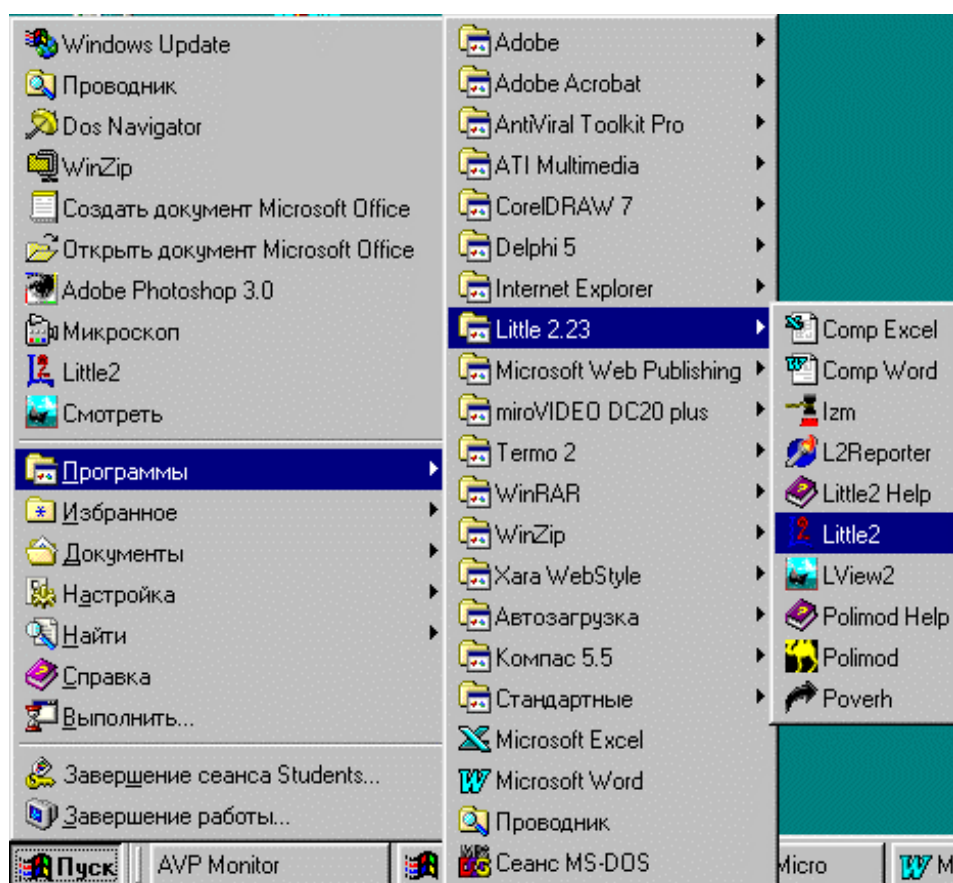


Рис. 1. Запуск программы Little 2

Для создания нового графического файла необходимо осуществить последовательность операций (рис. 2).

1. Выбрать команду «Создать» из меню «Файл».

2. В появившемся окне выбрать «Файл изображения» и нажать кнопку «ОК».
3. В появившемся окне нажать кнопку «ОК».

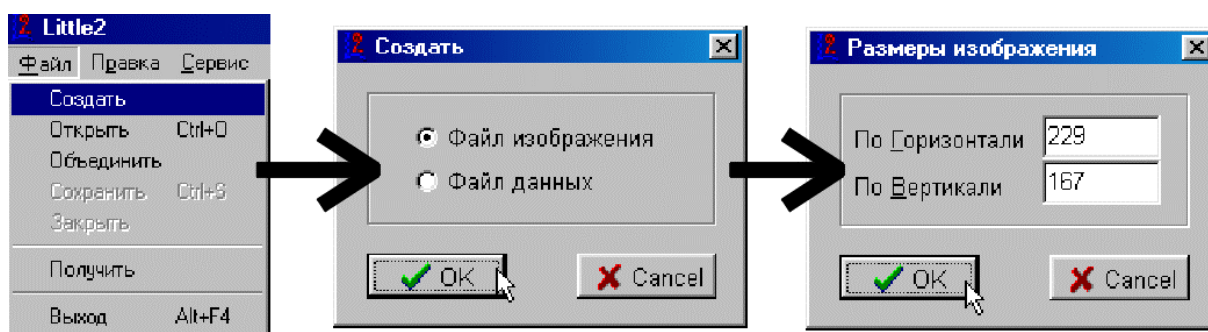


Рис. 2. Создание нового графического файла

Для вставки изображения из буфера обмена необходимо выбрать команду «Вставить» из меню «Правка» (рис. 3).

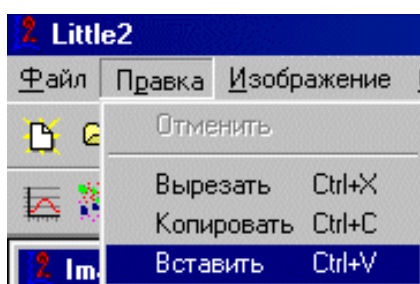


Рис. 3. Вставка изображения из буфера обмена

Для проведения калибровки необходимо осуществить последовательность операций (рис. 4).

1. Выбрать команду «Калибровка» из меню «Сервис».

2. В появившемся окне установить необходимый коэффициент пересчета (табл. 1).
3. Нажать на кнопку «ОК».

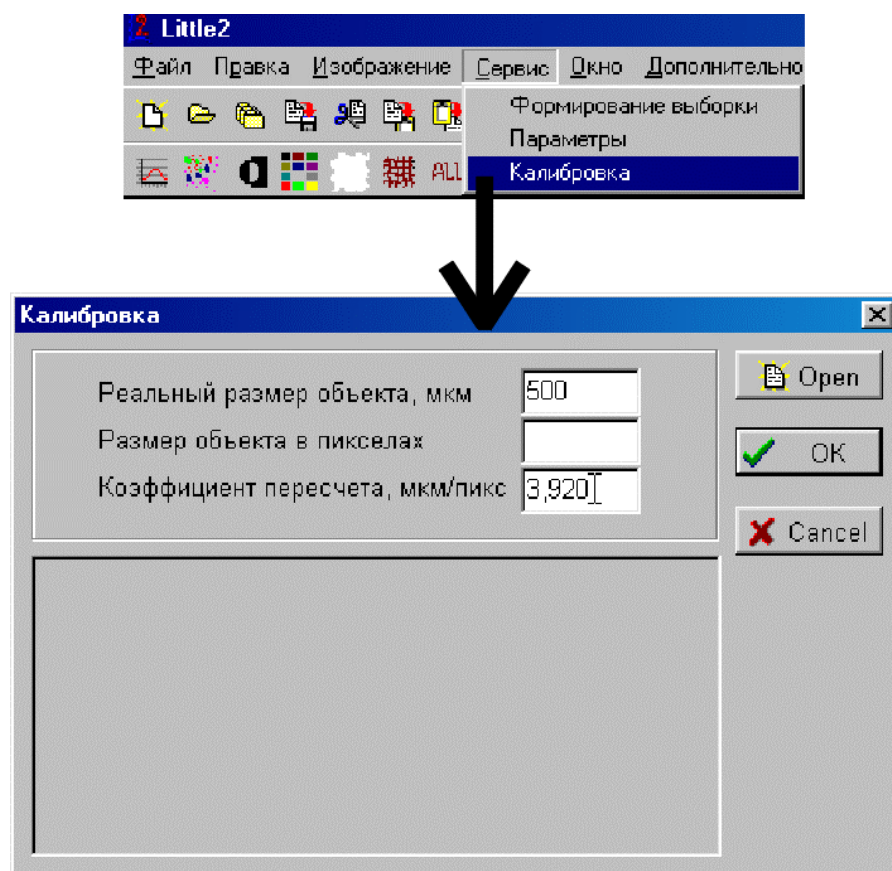


Рис. 4. Калибровка

Таблица 1

Калибровочные коэффициенты

Увеличение микроскопа	Калибровочный коэффициент мкм/пикс.
X3,5	4,55
X4	3,80
X10	1,52
X16	0,95
X40	0,38

Подбор яркости изображения производится по следующей схеме.

1. Преобразовать изображение в черно-белое при помощи команды «Черно-белое» из меню «Изображение» (рис. 5).

2. Если яркость изображения после преобразования в черно-белое не устраивает (не получается контуров отдельных частиц, затемнение, засвечивание), то для возврата к исходному изображению выбрать команду «Отменить» из меню «Правка».
3. Выбрать команду «Параметры» из меню «Сервис».
4. В появившемся окне перейти на страничку «Бинаризация».
5. Увеличить или уменьшить уровень яркости в зависимости от желаемого эффекта.
6. Нажать на кнопку «ОК».
7. Повторять операцию до получения четкого изображения.

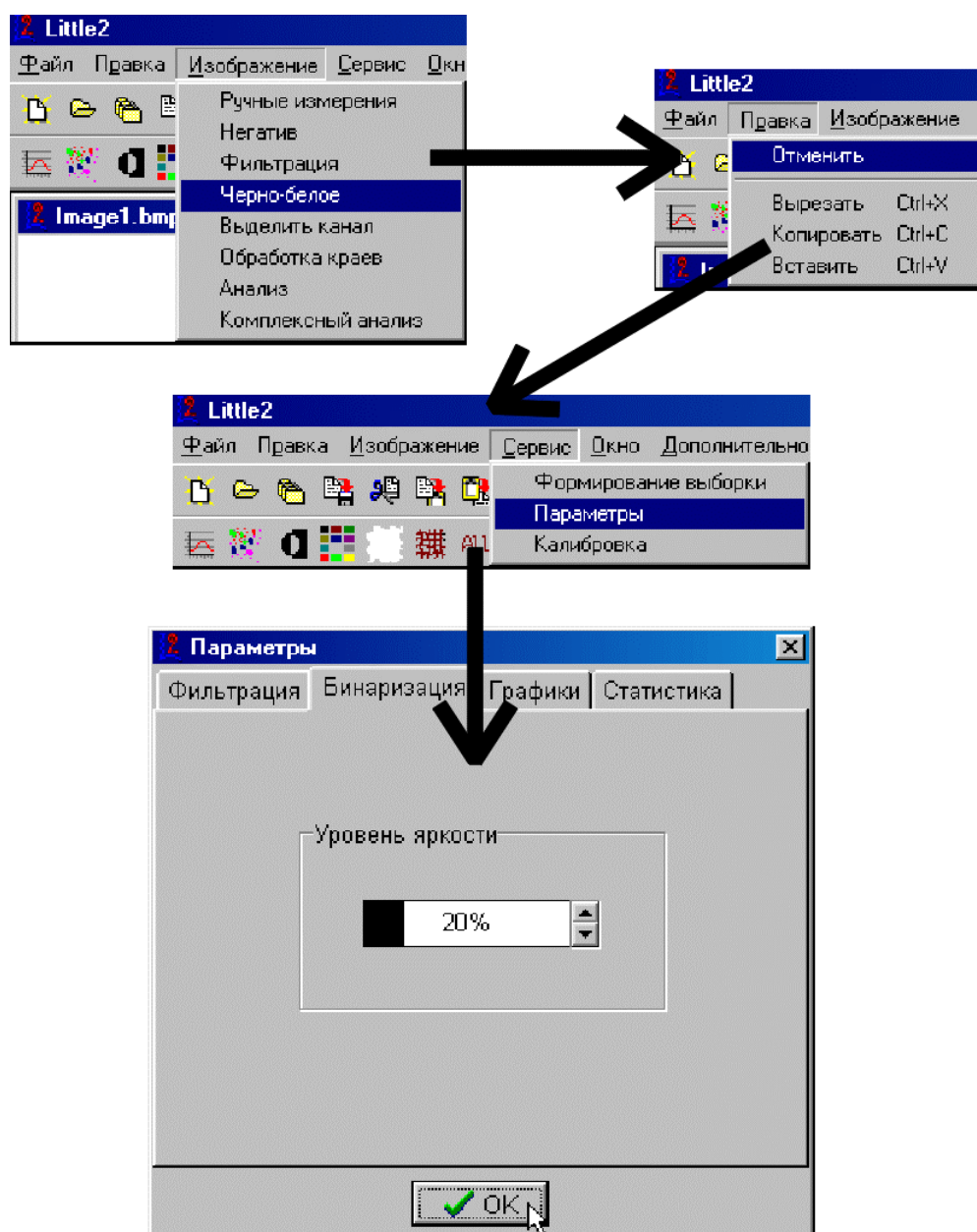


Рис. 5. Подбор яркости изображения

Автоматическая обработка изображений производится при выборе пункта «Комплексный анализ» меню «Изображение» (рис. 5).

Ручные измерения производятся при выборе пункта «Ручные измерения» меню «Изображение».

По окончании автоматической обработки изображения на экране появляется окно, содержащее данные о линейном размере каждой частицы.

Для группировки данных необходимо выполнить последовательность действий (рис. 6).

1. Выбрать пункт «Группировка данных» из меню «Статистика».

2. В появившемся окне установить необходимое число интервалов гистограммы.
3. Нажать на кнопку «ОК».

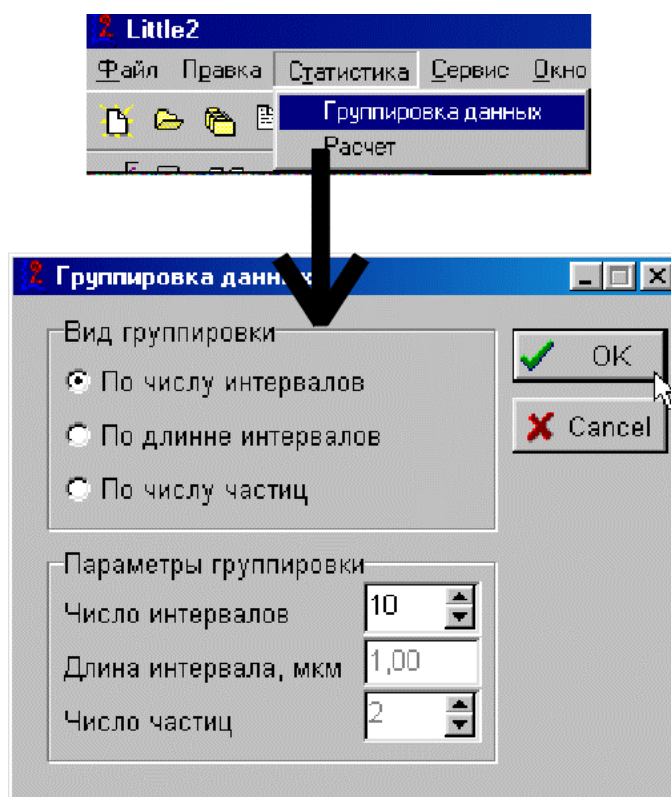


Рис. 6. Группировка данных

Для проведения статистических расчетов выбирается пункт «Расчет» из меню «Статистика» (рис. 6).

Кафедра высокоэнергетических процессов

Определение дисперсного состава порошков микроскопическим методом

Методические указания к лабораторной работе

Дмитрий Владимирович Королев

Константин Александрович Суворов

Отпечатано с готового оригинал макета. Формат 60X50 $\frac{1}{16}$.

Объем 2 п. л. Тираж 75 экз.

Санкт-Петербургский государственный технологический институт
(технический университет)
198013, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 26
