|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО**  **ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ** | | |
|  | **НАЦИОНАЛЬНЫЙ**  **СТАНДАРТ**  **РОССИЙСКОЙ**  **ФЕДЕРАЦИИ** | **ГОСТ Р**  **—**  **202Х**  *(Проект, 1-я ред.)* |

**Аддитивные технологии**

**КОМПОЗИЦИИ МЕТАЛЛОПОРОШКОВЫЕ**

**Определение гранулометрического состава методом лазерной дифракции**

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его утверждения*

**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 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ 202\_\_ г. № \_\_\_\_\_\_\_\_

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 (*[*www.rst.gov.ru*](http://www.rst.gov.ru)*)*

©Оформление ФГБУ «Институт стандартизации», 202\_\_

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 |
| 2 Нормативные ссылки |
| 3 Термины и определения  4 Сущность метода.......................................................................................................... |
| 5 Оборудование и материалы……………………………………………………………..… |
| 6 Подготовка к проведению измерений |
| 7 Порядок проведения измерений |
| 8 Представление результатов измерений |
| 9 Требования безопасности, охраны окружающей среды  10 Протокол измерений……………………………………………………………………….  Библиография…………………………………………………………………………………... |

|  |
| --- |
| **НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ** |
| **Аддитивные технологии**  **КОМПОЗИЦИИ МЕТАЛЛОПОРОШКОВЫЕ**  **Определение гранулометрического состава методом лазерной дифракции**  Additive technologies. Metal powder сomposites. Determination of particle size distribution by laser diffraction method |

**Дата введения — 202 — —**

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод лазерной дифракции, используемый для измерения гранулометрического состава металлопорошковых композиций.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 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 23148–98 (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 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.

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 **металлопорошковая композиция;** МПК: Объединенный в общую композицию металлический порошок, предназначенный для использования в аддитивном производстве (далее – АП).

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

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

4 Сущность метода

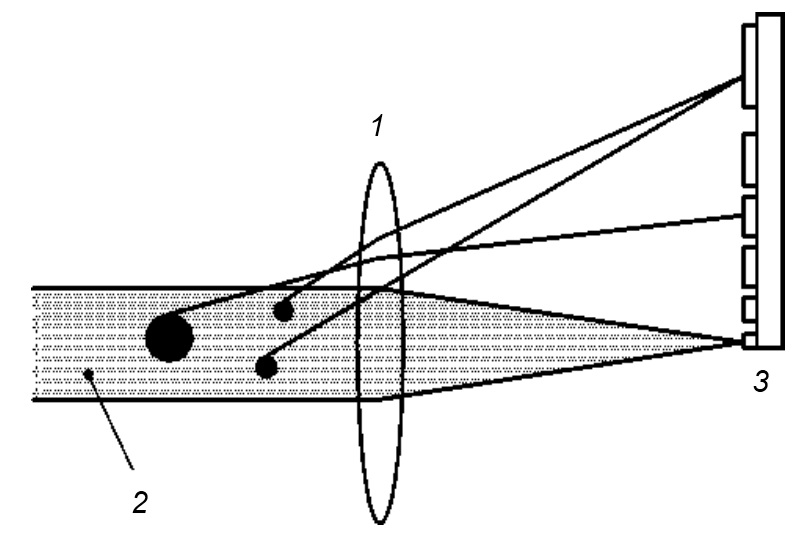
Для измерений гранулометрического состава МПК используют принцип дифракции лазерного излучения на дисперсных образцах: при попадании на частицу порошка лазерный луч отклоняется на угол, зависящий от размера частицы. Далее рассеянный луч попадает на детектор. Измерение интенсивности излучения, попавшего 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 и теорией дифракции Фраунгофера.

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.



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

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

5 Оборудование и материалы

5.1 Анализатор гранулометрического состава лазерный дифракционный, 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, оптическую систему для получения рассеянного излучения на детекторе, 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.

5.2 Вещество поверхностно-активное (ПАВ), предназначенное для предотвращения слипания частиц МПК.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 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.

6.2 Подготовка лазерного дифракционного анализатора гранулометрического состава — в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Как правило, подготовка лазерного дифракционного анализатора включает в себя промывку/продувку измерительного тракта анализатора и юстировку оптической системы анализатора.

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

7 Порядок проведения измерения

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

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

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

7.4 Устанавливают параметры измерения.

7.5 В случае использования диспергирования образца во влажной среде дисперсионный резервуар и циркуляционный контур наполняют водой. Вносят несколько капель ПАВ.

7.6 Добавляют порционно с помощью ложки пробу МПК или по каплям приготовленную суспензию МПК в блок диспергирования образца, пока концентрация не достигнет уровня, достаточного для регистрации интенсивности рассеянного света при высоком отношении сигнал/шум.

7.7 Выполняют не менее трех измерений гранулометрического состава. Обработку и представление результатов измерений проводят с помощью встроенного программного обеспечения.

7.8 Все используемые средства измерений должны быть калиброваны и/или поверены, а испытательное оборудование аттестовано.

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

8 Представление результатов измерений

8.1 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.

Как правило, гистограммы распределения частиц по установленным диапазонам измеренных размеров и интегральные диаграммы объединяют в одной диаграмме.

8.2 При табличном представлении результатов определения в таблицу включают следующие измеренные значения: квантиль распределения и размер частиц, соответствующий выбранному квантилю распределения. Примеры таблиц, содержащих определенные квантили распределения размера частиц, приведены в таблицах 1 и 2.

При указании квантилей распределения указывают, как минимум, значения квантилей распределения D10, D50 и D90.

Таблица 1 — Таблица представления результатов измерения гранулометрического состава

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Квантиль распределения | Среднее арифметическое значение размера частиц, мкм | Относительное стандартное отклонение, % | Определенный размер частиц, соответствующий квантилю распределения | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| D10 | 18,21 | 0,6 | 18 | 18,3 | 18,3 | 18,1 | 18,3 |
| D50 | 38,05 | 0,1 | 38,0 | 38,1 | 38,1 | 38,1 | 38,0 |
| D90 | 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*) | Относительное стандартное отклонение, % | Определенный размер частиц, 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 |
| 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 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| 90,00 | 100,0 | 0,0 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| 99,00 | 100,0 | 0,0 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| 110,00 | 100,0 | 0,0 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

**9 Требования безопасности, охраны окружающей среды**

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

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

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

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

**10 Протокол измерений**

Протокол измерений по определению гранулометрического состава должен содержать:

- обозначение и наименование настоящего стандарта;

- все сведения, необходимые для идентификации пробы (номер партии МПК, номер пробы, информация об отборе пробы и т. д.);

- форма частиц порошка (если известно);

- результат, полученный в соответствии с разделом 8;

- все операции, не указанные в настоящем стандарте, или операции, рассматриваемые как необязательные (например, количество ПАВ, информация о подготовке суспензии МПК);

- условия проведения измерения (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. оператора.

**Библиография**

|  |  |
| --- | --- |
| [1] | Правила обучения по охране труда и проверки знаний требований охраны труда (утверждены Постановлением Правительства России от 24 декабря 2021 г. № 2464) |

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

УДК 666.3.017:006.354 ОКС 81.060.30

Ключевые слова: металлопорошковые композиции, лазерная дифракция, гранулометрический состав, дисперсионная среда

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Научный руководитель работ,  Руководитель |  | Е.М. Торопова |
|  |  |  |
| **Исполнители:** |  |  |
|  |  |  |
| Научный сотрудник |  | Е.Н. Маковеев |
| Научный сотрудник |  | П.М. Смирнов |
|  |  |  |
|  |  |  |