



中华人民共和国国家标准

GB/T 21649.1—2008

粒度分析 图像分析法 第1部分：静态图像分析法

Particle size analysis—Image analysis methods—
Part 1: Static image analysis method

(ISO 13322-1:2004, MOD)



2008-04-16 发布

2008-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 21649《粒度分析 图像分析法》分为以下两个部分：

- 第 1 部分：静态图像分析法；
- 第 2 部分：动态图像分析法。

本部分是 GB/T 21649 的第 1 部分。

本部分修改采用 ISO 13322-1:2004《粒度分析 图像分析法 第 1 部分：静态图像分析法》(英文版)。

本部分与 ISO 13322-1 比较，主要修改内容如下：

- 在附录 B 中增加了两档放大倍率，使测量范围拓展到纳米级。
- 4.2 条制样方法的内容从正文移至附录 F(资料性附录)，并增加 F.5“支持膜法”。
- 对范围进行了修改。
- 对术语、缩略语、定义与符号进行了修改。
- 对公式(4)进行了修改：

$$P_i = \frac{(Z_1 - X_{F1})(Z_2 - X_{F2})}{Z_1 Z_2}$$

- 将 ISO 13322-1 6.3.6.1 条中示例改写为“检定过的标准格栅或粒度标准物质”。

本部分相对于 ISO 13322-1:2004 删除的内容如下：

- 删除 5.2 条中内容重复的 b)、c)、d)、h)。
- 将一些适用于国际标准的表述改写为适用于我国标准的表述。

本部分的附录 A、附录 B、附录 C 为规范性附录，附录 D、附录 E、附录 F 为资料性附录。

本部分由全国筛网筛分和颗粒分检方法标准化技术委员会(SAC/TC 168)提出并归口。

本部分起草单位：北京市理化分析测试中心、钢铁研究总院。

本部分主要起草人：周素红、邹涛、陈紫、卢庆新、郑毅、方建锋。

引 言

在采用图像分析法测定粒度时,本标准旨在对测试方法以及适用范围提供指导。

图像分析技术已广泛应用于分析各种性质的可成像材料。因而,当采用图像分析法测定粒度时,本标准仅限于规范该技术,并给出标准适用范围,而不是提供精确的标准方法。

本标准包括了用检定过的标准格栅、粒度标准物质来标定验证的方法。通过测量已知尺寸的格栅或颗粒可以合理地计算出由设备引入的系统不确定度。

为了确保数据的有效性,本标准推荐了一种有关颗粒数量分布的准确描述,并提供了一个分析平台。

采用显微镜法测量粒度分布简单直接。但由于该技术仅测量样品的一小部分,为了保证分析结果具有代表性,建议将原始样品分成若干份,测量其中的三份或更多份。如采用 t 检验法对数据进行统计分析,可以知道测量的样品是否真实地代表全部原始样品。

从样品细分到得到最终结果的分析过程中,每一步产生的误差累计到总的测量不确定度中。估计每一步产生的不确定度是非常重要的。在本标准的适当位置给出了说明。

由于仪器的测量范围不同,制样技术各异,在此没有给出统一的制样方法,采用其他方法不会影响数据的有效性。然而,为了保证所做的测量与本标准一致并能够溯源,还是规定了一些基本步骤。

目 次

前言 I

引言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语、缩略语、定义与符号 1

3.1 术语、缩略语与定义 1

3.2 符号 2

4 本方法要求的样品制备 3

4.1 总的推荐方法 3

4.2 制样方法 4

5 图像采集 4

5.1 总则 4

5.2 步骤 4

5.3 图像采集仪的操作条件 4

6 显微镜和图像分析 5

6.1 总则 5

6.2 粒度分级和放大 5

6.3 计数步骤 5

7 粒度的计算结果 8

8 试验报告 9

附录 A(规范性附录) 用于评估样品平均粒径所需的颗粒尺寸的研究 10

附录 B(规范性附录) 操作时的放大倍率 23

附录 C(规范性附录) 典型物镜的分辨率和粒度区间 24

附录 D(资料性附录) 典型图像分析法的流程图 25

附录 E(资料性附录) 平均值和方差的统计检验(方差分析和多样性比较) 26

附录 F(资料性附录) 几种制样方法 28

参考文献 30

粒度分析 图像分析法

第 1 部分：静态图像分析法

1 范围

GB/T 21649.1 的本部分规定了利用静态图像分析法测定颗粒粒度分布的方法。本部分适用于测定能够从显微镜中获得图像的颗粒的粒度分布。

本部分测量的颗粒尺寸范围是小于 10 : 1 的窄分布。为了获得可重复的体积平均直径,对符合正态分布的、标准偏差为 1.6 的分布,需要测量 6 000 多个颗粒。如果要得到可靠的百分数值时,如 D_{90} 或其他百分数值,则必须至少测量 61 000 个颗粒。详见附录 A。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 21649 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

ISO 9276-1 粒度分析结果的表示 第 1 部分:图示表示法

ISO 9276-2 粒度分析结果的表示 第 2 部分:由粒度分布计算平均粒径/直径和各次矩

3 术语、缩略语、定义与符号

3.1 术语、缩略语与定义

3.1.1

视场 view field

通过可视设备,如光学显微镜或电子显微镜观察到的区域。

3.1.2

测试框 measurement frame

视场内的一个区域,在此区域中对颗粒进行计数和图像分析。

注:一系列的测试框构成总的测试区域。

3.1.3

二值化图像 binary image

由一系列数值为 0 或 1 的像素构成的数字图像,在可视屏上这些数值通常显示为明、暗两种区域,或由两种不同颜色的伪彩色图表示。

3.1.4

边缘界定 edge finding

一种判定物体与背景间边界的方法。

3.1.5

欧拉数 Euler number

在二值化图像中,欧拉数定义为物像数减去物像内部孔洞数。它揭示的是一个区域的连通性,而不是指该区域的形状。

注:在相连区域内的所有点对可以通过一条完全位于该区域内的曲线将它们连接起来。如果一个复杂的二维物像被视为一组带孔洞的连续区域的话,其欧拉数可被定义为:相连区域数减去孔洞数。孔洞数比在物像上的相连

区域数小1。欧拉数通常和相连区域数一同表示,如:4-连通或8-连通。

3.1.6

Feret 直径 Feret diameter

与颗粒图像轮廓两边相切的平行线之间的距离。

3.1.7

等效圆直径 equivalent circular diameter

ecd

与颗粒投影有相同面积的圆的直径。

注:通常也称作 Haywood 直径。

3.1.8

灰度图像 grey image

每个像素有不同灰度等级的图像。

3.1.9

图像分析 image analysis

对图像进行数据处理得到数字或逻辑结果的过程。

3.1.10

数值孔径 numerical aperture

NA

物体空间的折射率与从物像点到物镜瞳孔的光线半锥角孔径正弦的乘积($\mu \sin \theta$)叫作物镜的数值孔径。

3.1.11

像素 pixel

图像单元 picture element

数字化图像中的独立单元是由水平和垂直方向划分的均一区域。

3.1.12

分割 segmentation

将样品进行细分或将其分成不同部分。

3.1.13

阈值 threshold

将物像从背景中区分出来设置的灰度等级。

3.2 符号

δ ——误差;

θ ——在物镜中颗粒的半角,单位为度($^{\circ}$);

λ ——波长,单位为微米(μm);

μ ——周围介质的折射率;

φ ——形状因子;

A_i ——颗粒 i 的投影面积;

d ——最小特征长度;

H_{cal} ——水平校正因子;

K ——由置信区间确定的常数;

N ——待测颗粒数目;

n_i ——粒度为 X_i 的颗粒数目;

P ——概率;

P_i ——在测试框中存在颗粒 i 的概率(同样可称作 Miles-Lantuejoul 因子);
 V_{cal} ——垂直校正因子;
 V_i ——颗粒 i 的相对体积;
 X_A ——球形颗粒 i 的直径;
 X_{Ai} ——颗粒 i 的面积等效直径;
 X_{F1} ——物像的水平 Feret 直径;
 X_{F2} ——物像的垂直 Feret 直径;
 X_i ——颗粒 i 的尺寸;
 $X_{i\max}$ ——颗粒 i 的最长尺寸,同样也称作最大 Feret 直径;
 $X_{i\min}$ ——颗粒 i 的最短尺寸,同样也称作最小 Feret 直径;
 X_{LIL} ——分档区间的下限;
 X_{mean} —— X_i 的平均值;
 X_{UIL} ——分档区间的上限;
 X_1 ——物像的水平尺寸;
 X_{1m} ——水平尺寸,单位为微米(μm);
 X_{1p} ——水平尺寸,单位为像素;
 X_2 ——物像的垂直尺寸;
 X_{2m} ——垂直尺寸,单位为微米(μm);
 X_{2p} ——垂直尺寸,单位为像素;
 Z_1 ——矩形测试框的水平边长;
 Z_2 ——矩形测试框的垂直边长。

4 本方法要求的样品制备

4.1 总的推荐方法

4.1.1 总则

以下为适用于显微镜操作的推荐采用的制样方法。

注:参见文献[4]、[5]和[10]。

4.1.2 样品细分

由于制样仅需一小部分样品,因此,从原始样品上分取下来的小样应保证具有代表性。

样品的制备方法已基本决定了样品的分取方法,其分取方法由对此样品进行分析的实验室最终决定。

由于一种具体分样方法所需要的专门设备并不是所有实验室都有,所以分样方法应由各实验室根据各自的专业经验作出选择,只要颗粒是分散的,且尺寸不出现中断。

4.1.3 连在一起的颗粒

连在一起的颗粒数目应该是最少。

分取方法的首要原则是颗粒必须是分离的,尽可能少地连在一起。将未经很好分离、连在一起的颗粒测成一个颗粒将导致错误结果。

4.1.4 颗粒分布

为确保没有明显的颗粒分级,载片上样品颗粒应足够多。颗粒的分布均匀性由不同测试框的统计结果比较得到。具体步骤详见第7章。

4.1.5 样品制备

必要时,电镜的样品应镀一层薄的金属层(如: Au, Au/Pd, Pt/Pd)以减少荷电效应。

制样后应尽快进行观测,并给出样品的有效期。

在最终的粒度测试报告中应详尽地列出样品的制备方法,并定量给出颗粒的标称质量、体积、成分以及制样过程中每一步使用的产品。

4.1.6 待测颗粒数目

由粒度分布和预设的置信区间可确定待测颗粒数目。假设颗粒呈对数正态分布,在一定的误差(δ)和置信区间内,所需的颗粒数目(N)可由公式(1)进行估算:

$$\lg N = -2\lg \delta + K \dots\dots\dots (1)$$

其中 K 是由置信区间、粒度分布及其他参数确定的系数。参见文献[1]和[2]。

注:有关待测颗粒数目的确定详见附录 A。

4.2 制样方法

制样方法有很多种。附录 F 中介绍了几种适用于显微镜操作的制样方法。

5 图像采集

5.1 总则

粒度数据可能受图像形成过程的某些因素影响。采用不合适的图像采集条件,如放大倍率、光源等可能使颗粒特别是最小颗粒尺寸变形。图像变形可能由多种因素引起,在视场中选择多点以及多角度的测试方法对已知尺寸的物像进行观测,可以知道图像变形是否存在及对图像的影响。需要着重指出的是:选用的测试方法仅提供 X 和 Y 二维信息。考虑到下列条件,应遵循仪器制造商的建议来调整并操作仪器。

5.2 步骤

- 分析步骤如下:
- a) 在图像中选择可识别的对象。
 - b) 在测量样品前,用检定过的格栅或粒度标准物质标定图像仪器。
 - c) 如可能,将此可溯源的标准物质和样品同时固定在图像仪器上。
 - d) 根据附录 B 或附录 C 选择放大倍率、相应的光源/电子束和图像采集条件。
 - e) 采用数字设备或合适的照像技术获取待分析的图像。
 - f) 如图 1 所示,通过扫描刻度板上的试样,记录每一样品相当数量的测试框。测量开始后,操作条件不能更改。
 - g) 测量结束后,重复操作 b)。比较测量前后的校准图像可以给出仪器放大倍率变化量。
 - h) 在报告中列出显微镜的放大倍率和工作参数。

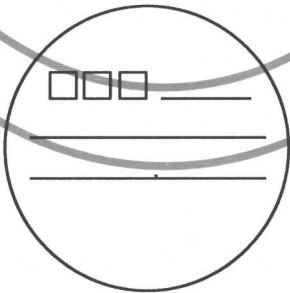


图 1 样品刻度板

5.3 图像采集仪的操作条件

5.3.1 总则

有许多图像采集系统可用来测量粒度,在 5.3.2 和 5.3.3 中简单介绍利用电子显微镜或光学显微镜测量粒度。

5.3.2 电子显微镜的操作条件

在使用电子显微镜测量粒度时必须注意以下几点:

- a) 图像对比模式:用于调节期望的峰值信号水平;
- b) 加速电压:根据待测样品的材质而定;
- c) 样品位置:在电子显微镜制造商指定的样品工作间距范围内选择形成高清晰度图像的工作间距。样品应平铺在样品池中,镜台斜面设置为零;
- d) 动态聚焦和倾斜修正:这两项应处于关闭状态;
- e) 参照附录 B 选择放大倍率:总的放大倍率为电子显微镜放大倍率与其他图像分析仪转换倍率的乘积。

5.3.3 光学显微镜的操作条件

对于通常用作粒度测量的光学显微镜的明场像而言,单色光的最小特征常数 d 值(单位为微米)由公式(2)给出:

$$d = \frac{0.6\lambda}{\mu \sin\theta} \dots\dots\dots (2)$$

式中:
 λ ——波长,单位为微米(μm);
 θ ——物镜对颗粒张开的半角,单位为度($^\circ$);
 μ ——周围介质的折射率。

理论上最小分辨距离约为 $0.2 \mu\text{m}$,不过颗粒周围存在的衍射光环只能粗略估计粒度。必须十分注意待测颗粒的粒度范围,然后根据所需精度进行测量。附录 C 中给出了某些典型颗粒的分辨率以及能够测量的最小颗粒尺寸。通常,待测颗粒的最小颗粒的最小尺寸至少是分辨率极值的 10 倍。

6 显微镜和图像分析

6.1 总则

现代图像分析仪在样品分析前有增强图像质量以及将连在一起的颗粒进行分离的功能。如果测量的颗粒是原始图像,允许使用增强图像质量的功能。形状不规则的颗粒或带有尖角的颗粒不应被分割,因为将其分割会导致颗粒形貌的扭曲。参照 6.3.4 记录下在每一测试框中被舍弃颗粒的比例,在测试中所有此类的连在一起的颗粒都应该舍弃。连在一起的球形颗粒可以被分割,因为这样引起的颗粒投影面积扭曲最小。在附录 D 中给出了采用图像分析测量粒度的典型步骤流程图。

6.2 粒度分级和放大

在采用图像分析测量粒度时,物像分辨率的理论极值为 1 个像素。在最大分辨率 1 个像素时逐个进行计数。注意对图像进行任何压缩都可能降低分辨率。然而,有必要在最终的结果报告中确定粒度分级。理想的最大分辨率应根据所需的精度进行调整,而精度是待测颗粒总数、动态范围以及将最小颗粒考虑在内的像素数目的函数。因此,在给出粒度定量分析报告前,建议将像素转换成实际的尺寸。

使用的放大倍率应满足条件,即待测最小颗粒的投影面积符合精度要求。所有待测颗粒以粒度大小分级,并按 1 个像素的分辨率进行存储。在最终结果中应将颗粒以粒度分级的形式进行记录。对粒度分布窄的样品而言,颗粒分级遵循线性级数关系,而对粒度分布宽的样品而言,颗粒分级遵循对数级数关系。级数区间的设定应由动态范围和待测颗粒总数而定。按粒度大于等于该粒度分档的下限值 X_{LIL} 但小于分档的上限值 X_{UIL} 将颗粒进行分档,如公式(3)所示:

$$X_{LIL} \leq X < X_{UIL} \dots\dots\dots (3)$$

对每一个测试框采用 t 检验以及采用 F 检验分别对平均粒径和标准偏差的显著性进行核查。不符合要求的数据应该舍弃。

6.3 计数步骤

6.3.1 总则

将每一测试框中的所有颗粒计数,并将所有测试框的颗粒累积,可得到粒度分布。

6.3.2 边缘界定

合适的灰度阈值设定决定了颗粒边界,设置技巧依赖于图像分析仪的配置。

如果需要,半振幅法可手动操作。在远离一典型颗粒边界的背景区域选择一小部分像素,记录所选区域内像素的灰度值,然后再在颗粒内部选择同样数目的像素重复此操作。取这两个灰度值的平均值作为阈值。参见文献[7]。

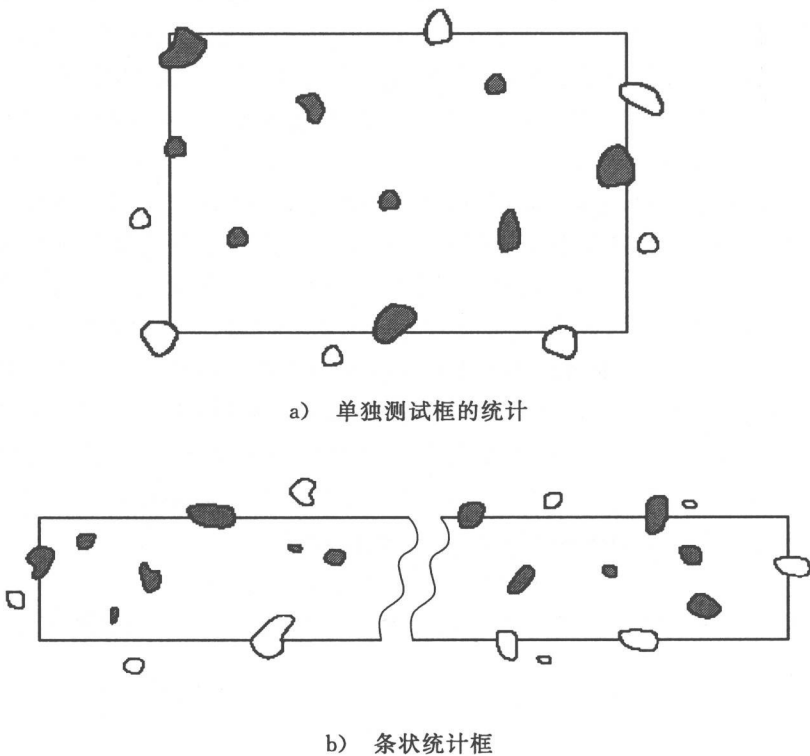
另一备选方案是在测量前自动选定阈值而后手动核查。

一旦阈值更改,应将阈值图像添加到原始图库中,并进行目视检查是否所有的颗粒都被“阈值”所确定。否则应在测量前发现原因并进行纠正。

6.3.3 被测试框边缘所切割的颗粒

6.3.3.1 如果出现在图像框中的所有颗粒都用于测量的话,由于某些颗粒会被图像框的边缘切割而使最终分布精度降低。为了避免这种情况发生,在图像框中又定义了测试框,在下面两种情况下可使用测试框。

- a) 所有颗粒分配到 1 个像素的区域(如:颗粒质心)作为特征计数点。仅当颗粒的特征计数点落在测试框中时,该颗粒应统计在内,见图 2a)。如果在图像框和测试框边缘有足够的空间,测试框可以是任意形状,那样统计在内的颗粒都不会被测试框边界所切割。
- b) 落在矩形框的底边界和右边界的颗粒将被舍弃。部分落在测试框左边界和上边界的颗粒以及完全落在框中的颗粒将被统计在内,见图 2b)。在图像框和测试框的左边界和上边界间必须留有足够的空间,那样统计在内的颗粒不会被测试框边界所切割。以上就涵盖了所有可能的情况,但不包括颗粒横跨框的两个对边的情况,即某些颗粒在该放大倍率下由于太大以致于不能测量,以及某些呈尖锐针状的颗粒不适合按任何面积分级。图像分析系统舍弃所有横跨框的两个对边的颗粒。对于不同的粒度分级和不同形状的颗粒,系统可选用行之有效的测试框的大小。



注: 阴影部分的颗粒统计在内;无阴影部分的颗粒舍弃。

图 2 被测试框边界切割的颗粒情况分析

6.3.3.2 所有完全位于测试框中的颗粒将被统计在内。所有在测试框外或被边界切割的颗粒均被舍弃。一个颗粒被统计在内的可能性与其粒度成反比。因此引入一偏差,颗粒粒度越大,它也越大。在 $Z_1 \times Z_2$ 的矩形测试框中,具有水平 Feret 值 X_{F1} 以及垂直 Feret 值 X_{F2} 时的颗粒 i 的概率 P_i 由公式(4)给出:

$$P_i = \frac{(Z_1 - X_{F1})(Z_2 - X_{F2})}{Z_1 Z_2}$$

.....(4)

当直径为 X_A 的球形颗粒时,可简化为公式(5):

$$P_i = \frac{(Z_1 - X_A)(Z_2 - X_A)}{Z_1 Z_2}$$

.....(5)

因此,在测试框中颗粒总数应除以概率 P_i 。

示例:在一个 100 个单位×100 个单位的正方形测试框中,其颗粒粒度在 2 个单位到 10 个单位内变化,完全在测试框中的颗粒数和修正因子如表 1 所示。

表 1 修正读数示例

直径 X_i 任意单位	原始读数 n_i	概率 P_i	修正读数 n_i/P_i
2	81	0.96	84
4	64	0.92	70
6	49	0.88	56
8	36	0.85	42
10	25	0.81	31

6.3.4 连在一起的颗粒

在载片制样时,应选择使连在一起的颗粒数最少的方法。在每一测试框中存在连在一起的颗粒的情况是不可避免的,有必要采取某些措施来解决这个问题。

然而,首先需要自动识别这些颗粒。可用方法有:

- a) 分析由数字分离程序得到的颗粒数;
- b) 依据某些判据:如形状因子或欧拉数;
- c) 手动识别。

评价载片的统计程序同样可提供一些信息。

在将团聚颗粒分散成单个颗粒时建议不采用数字分离程序,因为这种方法可能会改变图像中颗粒的粒度,并且在任何情况下都很难保证数据的溯源性。通过比较上述结果与未处理的原始图像中的粒度统计之间的差异,该项用于识别团聚体的技术可用于研究。

根据形态以及欧拉数识别连在一起的颗粒也并非十分可靠,尤其是对那些紧密重叠的团聚体而言,不能区分真实外形或过大尺寸的颗粒。当无法避免颗粒连在一起时,可采用其他技术来分离这些颗粒,如:采用分形分析颗粒团聚体和基于模型的分离技术。

6.3.5 测量

颗粒周长的测量主要依赖于所使用的图像分析系统。相应地,原始测量为每一颗粒的投影面积,单位为像素;以及每一颗粒最长的尺寸, $X_{i\max}$, 单位为像素。

上述两项可以得出每一颗粒最短的尺寸, $X_{i\min}$, 单位为像素。允许用最大分辨率来定义形状因子。因此,建议原始测量包括:

- a) 每一投影像的面积 A_i ;
- b) 每一颗粒的最长尺寸,最大 Feret 直径, $X_{i\max}$;
- c) 每一颗粒的最短尺寸,最小 Feret 直径, $X_{i\min}$ 。

这样即可根据公式(6)计算面积等效直径 X_{Ai} , 根据公式(7)计算形状因子 φ 。

$$X_{Ai} = \sqrt{\frac{4A_i}{\pi}} \dots\dots\dots(6)$$

$$\varphi = \frac{X_{i\max}}{X_{i\min}} \dots\dots\dots(7)$$

如果所用仪器的测试框不是正方形(单位为像素), 应进行适当的修正。为了有助于与相应的体积或质量认证的方法进行比较, 每一颗粒 i 的相对体积 V_i 可从颗粒的投影面积等效直径 X_{Ai} 以及 Miles-Lantoujoul 因子 P_i (见表 1) 计算得到, 见公式(8)。 P_i 为颗粒 i 对整体的贡献。

$$V_i = \frac{(X_{Ai})^3}{P_i} \dots\dots\dots(8)$$

6.3.6 校准和溯源

6.3.6.1 总则

设备首先应进行校准, 在最终结果中, 将像素转换成 SI 长度单位, 如: 纳米、微米和毫米。校准程序应包括视场一致性的证实。校准程序的基本要求是所有测量必须溯源到标准计量单位。这可用标准物质来校准图像分析仪。

示例: 检定过的标准格栅或粒度标准物质。

6.3.6.2 建议和要求

6.3.6.2.1 连在一起的颗粒

在图像框中的每一个物像都应统计在内, 并在最终结果中记录它们的面积、最大和最小 Feret 直径、欧拉数或表明该物像是连在一起的颗粒的手动识别标识。这些数据将用于验证连在一起的颗粒是用于观测还是舍弃的依据。

6.3.6.2.2 扭曲

如下所述识别视场扭曲:

- a) 从参考平台格栅的多个方形栅格上选取一个方格, 如与平均颗粒粒径相等的方格, 将其放置在中央测得其宽度值 X_1 和高度值 X_2 。
- b) 然后将其分别放在四个角上测得其宽度值 X_1 和高度值 X_2 。
- c) 在最终的结果中记录 X_1 和 X_2 的 5 个值。

6.3.6.2.3 校准

如下所述对显微镜的每一步设定进行校准:

- a) 在参考平台格栅使用多个方形栅格确定以像素为单位和以微米为单位的图像尺寸的一致性。
- b) 由公式(9)计算 H_{cal} , 由公式(10)计算 V_{cal} , 并在结果中记录:

$$H_{cal} = \frac{X_{1m}}{X_{1p}} \dots\dots\dots(9)$$

式中:

X_{1m} ——水平尺寸, 单位为微米(μm);
 X_{1p} ——水平尺寸, 单位为像素。

$$V_{cal} = \frac{X_{2m}}{X_{2p}} \dots\dots\dots(10)$$

式中:

X_{2m} ——垂直尺寸, 单位为微米(μm);
 X_{2p} ——垂直尺寸, 单位为像素。

如使用多幅相机, X_1 或 X_2 中的任意一个和 H_{cal} 或 V_{cal} 任意一个都可以记录。

7 粒度的计算结果

对于给定颗粒数目 n_i , 其粒径为 X_i 的平均粒径 X_{mean} 和方差 s^2 可分别由公式(11)和公式(12)计算

得出：

$$X_{\text{mean}} = \frac{\sum X_i n_i}{\sum n_i} \dots\dots\dots (11)$$

$$s^2 = \frac{\sum n_i (X_i - X_{\text{mean}})^2}{\sum n_i - 1} \dots\dots\dots (12)$$

为了确保测量的一致性，在每一测试框中得到的平均粒径和方差都需要经方差分析和 F 检验(附录 E)。

8 试验报告

试验报告中应包括以下内容：

- a) 试样的编号；
- b) 本标准编号；
- c) 平均粒径, X_{mean} ；
- d) 方差, s^2 。

报告可包括以下内容：每一个颗粒的完整结果，所有尺寸以像素为单位。

- 颗粒参考号；
- 样品参考号；
- 分样品参考号；
- 视场参考号；
- 使用的物镜；
- 测试框尺寸；
- 颗粒面积；
- 最大和/或最小 Feret 直径；
- 欧拉数；
- X_1 校正因子；
- X_2 校正因子；
- 颗粒的相对体积；
- 试样分取方法的具体描述；以及颗粒的标称质量、标称体积和成分，样品分取过程中每一步所用的产品；
- 其他信息。

参考 ISO 9276-1 和 ISO 9276-2 以列表法和图示法列出结果。
应该提供每一样品以及显微镜的每一设置的典型区域的照片。

附录 A
(规范性附录)

用于评估样品平均粒径所需的颗粒尺寸的研究

A.1 摘要

已有理论方程式用于评估由样本大小(如:样品颗粒数)引起的统计误差。在给定的置信区间下,一定的误差范围内,就样品平均粒径分布和测量所需的颗粒数这两方面而言,此理论给出了通用的分析解。利用一符合对数正态分布的样本,计算机进行了仿真实验。并与理论方程式进行了比较,计算机仿真实验证实了这一理论。因此,通过分析可以估算出由样品颗粒数不足或测量所需的颗粒数不足引入的误差。

同样可发现,改变估算基准以及提高指定的允许误差可使测量所需的颗粒数目在一定程度上减少。然而,如果需要准确测量,而且评价是以颗粒质量为基准时,那么就需要相当多的颗粒。

A.2 符号与缩略语

本标准中引用的符号与缩略语如下:

a	常数
注 1: 用于公式(A.37)中。	
b	线性同余数法的初值
$b_{i,r}$	b 的第一个初值
c	常数, 等于 $\beta + \alpha/2$
注 2: 用于公式(A.5)中。	
D_{CM}	数量中位直径
D_{MM}	质量中位直径
D_{MV}	平均体积直径
D_p	粒径
D_{p50}	颗粒的中位直径
D_{p84}	累积分布小于 83.13% 的平均粒径
$\bar{D}_p$	样品平均粒径
$\bar{D}_p^*$	总的平均粒径
d	生成数的重复周期
注 3: 公式(A.36)~(A.38)中。	
e	相对误差
注 4: 由公式(A.26)定义。	
$f_{\ln x}$	$\ln x$ 的取样分布
σ_{GSD}	几何标准偏差
K	常数
注 5: 见公式(A.1)。	
k	常数
注 6: 见公式(A.37)。	
N	每一次实验的样品颗粒数目
n	样品颗粒数目

n^*	在测试中为达到一定置信水平所需的颗粒数目
P	概率
$P(e \leq \delta)$	实验数据在相对误差 $-\delta$ 到 $+\delta$ 范围内的概率
R	产生随机数的重复次数
s	样本的标准偏差
t_n	有正态概率的随机数
u	由公式(A. 32)定义的公式(A. 31)中的参数
x_i	由公式(A. 37)计算得到的数目
x_{i+1}	在计算随机数中的余数
Y	实验值
Y^*	$Y(\mu^{(0)}, \sigma^2)$
y	过程变量
$\bar{y}$	y 的均值
y_i	由计算机产生的均匀随机数目
y_m	大小为 n 的随机样本的正态平均直径
z	函数
注 7: 由公式(A. 24)定义。	
α	常数
注 8: 在公式(A. 1)中。	
β	基数
δ	相对误差
κ	无因次平均粒径
λ	Y/Y^*
μ_0	总的数量分布的对数平均直径
ν	自由度
σ	总的标准偏差
σ_g	总的几何标准偏差
σ_{GSD}	几何标准偏差
$\Phi(z)$	误差函数
$\phi(y_m, s^2)$	y_m 和 s^2 的联合概率分布
φ	函数
注 9: 由公式(A. 23)定义。	
ω	参数
注 10: 由公式(A. 35)定义的公式(A. 34)中的参数。	

A. 3 简介

总体而言,由粉体过程采集到的数据比由其他过程采集到的数据更分散些。其部分原因在于存在诸如团聚或粘连的复杂现象。更为重要的是,数据的分散性可能会影响颗粒的粒度分布。在测量颗粒的平均粒径时,应包括由粒度分布引起的测量值的统计误差。

与这一测量误差相关的最有意义的问题之一是:为了得到满意的结果,应该选用多少数目的颗粒呢? Masuda 和 Iinoya^[12]从理论的角度研究了这一问题,并给出在给定的置信区间内、一定的相对误差范围内符合测量要求的颗粒数 n^* 的公式。利用这一公式,可计算出在一定的条件下测量所需的最小颗粒数目,这一最小值可由粒径分布、过程变量和用于测量的基数计算得到。

然而,还没有任何实验证实这一关系。为了检验 Masuda 和 Iinoya^[12]的理论关系式的有效性,我们进行了仿真实验。

A.4 对数正态分布的理论分析

为了定义待证实的 Masuda 和 Iinoya^[12]的关系式,假设这一过程可由公式(A.1)给出:

$$y = K D_p^\alpha \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:
y——有关颗粒粒径的颗粒特性;
K 和 α——非零常数;
D_p——粒径。

依据 Stokes 定律,公式(A.1)代表了颗粒最简单、最重要的一种过程,如:符合 Stokes 定律的沉降速度。在这一过程中假设粒径分布符合对数正态分布。

如果已知颗粒的样本平均粒径 $\bar{D}_p$,可由公式(A.2)得到实验数据的分布:

$$Y = K \bar{D}_p^\alpha \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:
Y——有关颗粒粒径的颗粒特性;
 $\bar{D}_p$ ——样品平均粒径;
K 和 α——非零常数。

对这一过程,经基数 β 调整(以数量为基准时,β=0;以质量为基准时,β=3),总的平均颗粒直径由公式(A.3)~(A.5)。参见文献[13]。

$$\bar{D}_p^* = \bar{y}/y \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:
 $\bar{D}_p^*$ ——总的平均粒径;
y——y 的平均值。

$$\bar{D}_p^* = \left[\frac{\frac{1}{k} \int D_p^\beta D_p^\alpha f(\ln D_p, \mu_0, \sigma^2) d\ln D_p}{\int D_p^\beta f(\ln D_p, \mu_0, \sigma^2) d\ln D_p} \right]^{1/\alpha} \dots\dots\dots (A.4)$$

$$c = \beta + \frac{\alpha}{2} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:
μ₀——总的数量分布的对数平均粒径,根据公式(A.6)计算:

$$\mu_0 = \int_{-\infty}^{\infty} \ln D_p f(\ln D_p, \mu^{(0)}, \sigma^2) d\ln D_p = \ln D_{p50} \dots\dots\dots (A.6)$$

式中:
D_{p50}——颗粒的平均直径;
σ——总的标准偏差,根据公式(A.7)计算:

$$\sigma = \ln \sigma_g = \ln D_{p84} - \ln D_{p50} \dots\dots\dots (A.7)$$

式中:
D_{p84}——累积分布小于 83.13%的平均颗粒直径;
σ_g——总的几何标准偏差。

因此,

$$\bar{D}_p^* = \exp(\mu_0 + \sigma^2) \dots\dots\dots (A.8)$$

式中:
σ₂——总的数量分布的对数平均直径的方差。

另一方面,大小为 n 的随机样本的平均直径 y_m 由公式(A. 9)给出:

$$\overline{D}_p = \exp(y_m + cs^2) \dots\dots\dots (A. 9)$$

其中:

$$y_m = \frac{\sum \ln D_p}{n} \dots\dots\dots (A. 10)$$

$$s^2 = \frac{\sum (\ln D_p - y_m)^2}{n} \dots\dots\dots (A. 11)$$

假设样品颗粒数 n 足够大,则 y_m 和 s^2 的联合概率分布 $\phi(y_m, s^2)$ 可从公式(A. 12)计算出:

$$\phi(y_m, s^2) = \frac{n}{\sigma^3 \sqrt{2\pi}} \sqrt{\frac{n}{2(n-1)}} \exp \left\{ -\frac{n}{2\sigma^2} (y_m - \mu_0)^2 - \frac{1}{4(n-1)} \left[\frac{n}{\sigma^2} s^2 - (n-1) \right]^2 \right\} \dots\dots\dots (A. 12)$$

公式(A. 13)可从公式(A. 8)推导得来:

$$d \ln \overline{D}_p = dy_m + cd(s^2) \dots\dots\dots (A. 13)$$

因此,

$$d(s^2) dy_m = d(s^2) \Delta dy_m = d(s^2) \Delta d \ln \overline{D}_p - cd(s^2) \Delta d(s^2) \dots\dots\dots (A. 14)$$

其中:

$$d(s^2) dy_m = d(s^2) \Delta d \ln \overline{D}_p \dots\dots\dots (A. 15)$$

公式(A. 15)经重整,可写成公式(A. 17)的形式,联合概率分布为:

$$1 = \int_{-\infty}^{\infty} \int_0^{\infty} \phi(y_m, s^2) d(s^2) dy_m \dots\dots\dots (A. 16)$$

$$= \int_{-\infty}^{\infty} \left[\int_0^{\infty} \phi(\ln \overline{D}_p - cs^2, s^2) d(s^2) \right] d \ln \overline{D}_p \dots\dots\dots (A. 17)$$

如果某一函数 $f(\ln \overline{D}_p)$ 由公式(A. 18)给出:

$$f(\ln \overline{D}_p) \equiv \int_0^{\infty} \phi(\ln \overline{D}_p - cs^2, s^2) d(s^2) \dots\dots\dots (A. 18)$$

显然,函数 $f(\ln \overline{D}_p)$ 满足公式(A. 19)中的条件:

$$\int_{-\infty}^{\infty} f(\ln \overline{D}_p) d \ln \overline{D}_p = 1 \dots\dots\dots (A. 19)$$

因此,公式(A. 19)表示 $\ln \overline{D}_p$ 的分布。利用公式(A. 12)对公式(A. 18)进行积分,可以得到 $\ln \overline{D}_p$ 的分布。

在此,为了简化起见,引入无因次量 $\kappa = \overline{D}_p / \overline{D}_p^*$ 。因而,公式(A. 19)可以改写为公式(A. 20):

$$\int_{-\infty}^{\infty} f(\ln \kappa + \ln \overline{D}_p^*) d \ln \kappa = 1 \dots\dots\dots (A. 20)$$

$\ln \kappa$ 分布由 $f_{\ln \kappa}$ 来表示,如公式(A. 21)所示:

$$f_{\ln \kappa} \equiv f(\ln \kappa + \ln \overline{D}_p^*) \dots\dots\dots (A. 21)$$

对公式(A. 18)进行积分可以得到如公式(A. 22)所示的分布:

$$f_{\ln \kappa} = \frac{\sqrt{n}}{\sigma \sqrt{2\pi} \sqrt{2c^2 \sigma^2 + 1}} e^{-\frac{z^2}{2}} \Phi(z) \dots\dots\dots (A. 22)$$

其中:

$$\varphi \equiv \frac{\sqrt{n}(\ln \kappa + c\sigma^2/n)}{\sigma \sqrt{2c^2 \sigma^2 + 1}} \dots\dots\dots (A. 23)$$

$$z \equiv \sqrt{\frac{n}{2(2c^2 \sigma^2 + 1)}} (2c \ln \kappa + 2c^2 \sigma^2 + 1) \dots\dots\dots (A. 24)$$