



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۲۹۲۲

چاپ اول

**ISIRI**

12922

**1st. Edition**

مواد ذره ایج نمونه برداری و تقسیم نمونه برای  
تعیین خواص

**Particulate materials – Sampling and  
Sample Splitting for the determination of  
Particulate Properties**

**ICS:19.120**

## به نام خدا

### آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه\* صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذیصلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup> کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و / یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سا زمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است.

\* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

- 1- International organization for Standardization
- 2 - International Electro technical Commission
- 3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)
- 4 - Contact point
- 5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد  
"مواد ذره ای - نمونه برداری و تقسیم نمونه برای تعیین خواص"

**رئیس:**

تشخوریان، جواد  
(دکتری شیمی تجزیه)

**سمت و/یا نمایندگی**

عضو هیات علمی دانشگاه خلیج فارس بوشهر

**دبیر:**

بهره مند ، محمدرحیم  
(فوق لیسانس خاک شناسی)

معاون اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر

**اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفباء)**

آب شیرینی ، خدیجه  
(لیسانس فیزیک)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر

بهره مند ، داود  
(لیسانس مهندسی مکانیک)

دانشجوی مهندسی مکانیک دانشگاه هرمزگان

برکت ، محمد  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر

برسان ، حمیده  
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر

حاجیان، علی رضا  
(لیسانس مهندسی برق)  
زلفی، مختار  
(فوق لیسانس خاک شناسی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر  
عضو هیات علمی مرکز تحقیقات کشاورزی و منابع طبیعی استان  
بوشهر

دستیار، فریبا  
(لیسانس پرستاری)  
سرخوش، احمد  
(فوق لیسانس خاک شناسی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر

کارشناس مسئول معاونت برنامه ریزی استانداری بوشهر

شاهین زاده ، قدرت اله  
( لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد (ادامه)

### اعضاء

تکنسین اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر	صفدران، محمد (فوق دیپلم عمران)
کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر	عادل زاده ، رقیه (لیسانس میکروبیولوژی)
دانشجوی دکترای مهندسی شیمی دانشگاه شیراز	عباسی ، محسن (دکتری مهندسی شیمی )
کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر	عزیزی، علی (لیسانس صنایع غذایی)
کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر	عظیمی ، مریم (لیسانس صنایع غذایی)
معاون مرکز تحقیقات کشاورزی و منابع طبیعی استان بوشهر	فخری ، فرهاد (فوق لیسانس منابع طبیعی)
کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر	مواجی، فریده (لیسانس مهندسی کشاورزی)
معاون اداری و مالی اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر	موافق دهدشتی ، ایمان (لیسانس شیمی)
عضو هیات علمی دانشگاه خلیج فارس	لک، فضل اله (دکترای آمار)
کارشناس سازمان صنایع و معادن استان بوشهر	نامدارزادگان ، مهدی (فوق لیسانس مهندسی صنایع)

## فهرست مندرجات

<u>صفحه</u>	<u>عنوان</u>
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
۵، ۵، ۵ و	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ط	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۴	۴ نمادها و اختصارات
۶	۵ اصول نمونه برداری
۶	۱ ۵ کلیات
۷	۲ ۵ خطای پایه ای
۷	۱ ۴ ۵ توزیع عددی
۹	۲ ۴ ۵ توزیع های بر پایه جرم یا حجم $Q_r(x)$
۱۱	۳ ۵ خطای کلی / تعداد نمونه ها یا نمونه های افزونه ای
۱۴	۶ طرح و نمونه برداری
۱۵	۷ روش های عمومی
۱۵	۱ ۷ اقدامات ایمنی
۱۶	۲ ۷ نمونه برداری اولیه
۱۷	۳ ۷ کار با نمونه
۱۸	۴ ۷ ظروف نمونه برداری
۱۸	۵ ۷ علامت گذاری ظروف حامل نمونه
۱۹	۸ روش های تقسیم نمونه
۱۹	۱ ۸ کلیات
۲۰	۲ ۸ نمونه گیردوار
۲۰	۳ ۸ مقسم شیاردار ثابت
۲۳	۴ ۸ مخروطی (کپه) کردن و تقسیم چهارتایی
۲۳	۱ ۴ ۸ کلیات
۲۳	۲ ۴ ۸ مخروطی کردن و تقسیم چهارتایی مواد پودری
۲۴	۳ ۴ ۸ مخروطی کردن و تقسیم چهارتایی خمیر

## فهرست مندرجات(ادامه)

<u>صفحه</u>	<u>عنوان</u>
۲۴	۵ A روش تقسیم افزونه ای
۲۵	۶ A سرطاس نمونه برداری
۲۶	۷ A نمونه برداری از خمیر
۲۷	۸ A نمونه برداری از سوسپانسیون
۲۷	۱ A A کلیات
۲۷	۲ A A تقسیم نمونه با پی پت
۲۸	۳ A A تقسیم نمونه با استفاده از لوله های موین چندگانه
۲۹	۹ اعتباردهی
۳۰	پیوست الف (اطلاعاتی) محاسبه و اریانس های مراحل مختلف در توالی نمونه برداری
۳۵	پیوست ب (اطلاعاتی) تعیین خطاهای نمونه برداری و جرم حداقل نمونه

## پیش گفتار

استاندارد " مواد ذره ای- نمونه برداری و تقسیم نمونه برای تعیین خواص " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط تهیه و تدوین شده و ششصد و هفتاد و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۸۸/۱۲/۱۵ مورد تصویب قرار گرفته است ، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ ، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منابع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO14488:2007, Particulate materials – Sampling and Sample Splitting for the determination of Particulate Properties

## مواد ذره ای- نمونه برداری و تقسیم نمونه برای تعیین خواص

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش هایی برای نمونه برداری از توده مشخص ذرات ( مانند: پودر، خمیر ، سوسپانسیون یا گرد و غبار) است، که می توان با سطح اطمینان مشخص به عنوان معرف توده در نظر گرفت. این استاندارد، برای اندازه گیری اندازه، توزیع اندازه ای و سطح خارجی ذرات، کاربرد دارد.

### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

- 2-1 ISO 3165, Sampling of chemical products for industrial use - Safety in sampling
- 2-2 ISO 6206, Chemical products for industrial use - Sampling - Vocabulary
- 2-3 ISO 9276-2, Representation of results of particle size analysis - Part 2: Calculation of average particle sizes/diameters and moments from particle size distributions
- 2-4 ISO 14887, Sample preparation - Dispersing procedures for powders in liquids

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف بیان شده در استاندارد بین المللی ISO 6206، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می رود:



۱۴

اریبی<sup>۱</sup>

تفاوت سیستماتیک میان مقدار واقعی (یا مورد قبول) با مقدار اندازه گیری شده است.

۲۴

رده اندازه ای بحرانی

رده مشخصی از اندازه، که خطای نمونه برداری در کسر جرم، اثرات معنی داری روی خواص محصول دارد.

۳۴

خطا

اختلاف میان مقدار اندازه گیری شده با مقدار واقعی، که ممکن است ماهیت تصادفی یا سیستماتیک داشته

باشد.

۴۴

نمونه ناخالص

نمونه اولیه، تشکیل یافته از چندین نمونه افزایشی است .

۵۴

نمونه شانسی<sup>۲</sup>

نمونه ای است، که تحت شرایط مساعد تعریف شده، گرفته نشده است.

---

1-Bias  
2-Grab sample

۴ ۶

نمونه اولیه<sup>۱</sup>

نمونه ای ( منفرد یا ترکیبی) است، که از یک توده مشخص محصول، گرفته شده است.

۴ ۷

نمونه معرف<sup>۲</sup>

نمونه ای ، که خواص یک سان با یک بهر مشخص ماده دارد در یک حد اطمینان تعریف شده، نشان دهنده خواص توده ماده است.

۴ ۸

نمونه

بخشی از یک توده مشخص محصول، که به منظور تعیین خواص آن گرفته می شود.

۴ ۹

افزونگی نمونه<sup>۳</sup>

نمونه منفرد، که از نقاط مشخص یک توده محصول یا در زمان های معین از یک تولید / خط انتقال گرفته می شود، و با نمونه های دیگر گرفته شده به همین ترتیب مخلوط شده و نمونه ناخالص را تشکیل می دهد.

---

1-Primary sample  
2-Representative sample  
3 Sample increment

۱۰ ۴

توالی نمونه برداری<sup>۱</sup>

توالی نمونه برداری، شامل تقسیم و ترکیب نمونه به منظور تهیه یک نمونه معرف از یک توده مشخص محصول می باشد.

۱۱ ۴

نمونه نقطه ای<sup>۲</sup>

نمونه ای است، که از محل یا زمان معین تولید از یک بهر ماده، گرفته شود.

۱۲ ۴

آزمونه<sup>۳</sup>

نمونه ای است، که در نهایت برای تعیین یک مشخصه، استفاده می شود.

۴ نمادها و اختصارات

برای بیان مقاصد این مدرک علائم و نشانه های زیر به کار می رود:

$CV$  (ضریب تغییرات)، عبارت است از، نسبت انحراف معیار به مقدار میانگین مربوط، که به صورت کسر یا درصد بیان می شود.

$F_1, 2$  مقدار استاندارد توزیع  $F$  با درجه آزادی ۱ و ۲ .

$FE$  خطای پایه ای.

$MMD$  قطر میانه جرم.

$n$  مجموع تعداد ذرات در نمونه یا نمونه افزونه ای.

---

1- Sampling sequence  
2-Spot sample  
3- Test sample

$n^o$  تعداد ذرات در یک رده اندازه ای معین .

$n_{min}$  تعداد ذرات مورد نیاز در یک نمونه یا نمونه افزونه ای برای دست یابی به حداکثر انحراف مشخص  $max$  با یک سطح اطمینان معین .

$n_{MMD}$  تعداد ذرات مورد نیاز در یک نمونه جهت رسیدن به سطح خطای  $MMD$

$n_r$  مجموع تعداد ذرات مورد نیاز در توزیع نرمال لگاریتمی اندازه ای ذرات، جهت دست یابی به حداکثر ضریب تغییرات  $3/16\%$  در  $90\%$  .

$N$  تعداد نمونه های اندازه گیری شده .

$N_r$  تعداد نمونه های مورد نیاز برای دست یابی به حداکثر انحراف مشخص شده  $max$  ، با سطح اطمینان تعریف شده، میان مقادیر تخمینی و واقعی میانگین مشخصه مورد نظر.

$Q_r(x_i)$  توزیع تجمعی اندازه ای ذرات بر پایه تعداد.

$Q_r(x_i)$  توزیع تجمعی اندازه ذرات بر پایه حجم یا جرم.

$r$  ابعاد اندازه ای توزیع (به شکل کمی)  $r=0$ : تعداد،  $r=1$ : طول،  $r=2$ : سطح،  $r=3$ : حجم یا جرم

$SD$  انحراف معیار.

$S_y$  تخمین انحراف معیار  $y$  حاصل از اندازه گیری ها.

$t$  عامل  $t$  استیودنت<sup>1</sup> برای معنی دار بودن آماری، که به سطح اطمینان در نظر گرفته شده و تعداد درجه آزادی  $(N-1)$ ، بستگی دارد (از جدول آماری به دست می آید).

$Var$  واریانس.

$x$  اندازه ذرات.

$X_{95}$  صدک پنجم اندازه ذرات.

$X_{95}$  صدک نود و پنجم اندازه ذرات .

$x_i$  اندازه ذرات مطابق با صدک  $i$  ام

$\gamma$  مقدار هر مشخصه مورد نظر مواد ذره ایمانند: اندازه ویژه، شکل، سطح خارجی.

$\bar{\gamma}$  میانگین مقدار  $\gamma$ .

$Z_c$  مقدار بحرانی  $z$  در یک سطح اطمینان معین با فرض توزیع نرمال استاندارد (از جدول آماری به دست می آید).

$max$  حداکثر سطح خطای معین در یک سطح اطمینان مشخص ( نصف پهنای بازه ی اطمینان اظهار شده)

$\gamma$  عامل کرویت، مربوط به پهنای توزیع اندازه ای ذرات که با نسبت  $x_{95}/x_5$  توزیع اندازه ای ذرات ریزتر بیان

می شود.  $0/25$  برای توزیع اندازه ای ذرات گسترده با  $x_{95}/x_5 > 4$  ؛  $0/5$  برای  $x_{95}/x_5 < 4$  ؛

$0/75$  برای  $1 < x_{95}/x_5 < 2$  و  $1$  برای  $x_{95}/x_5 < 1$

جرم حجمی ذرات بر حسب  $kg/m^3$

انحراف معیار، ریشه دوم واریانس ( ارزش نظری).

$g$  انحراف معیار هندسی توزیع نرمال لگاریتمی توزیع اندازه ای ذرات .

$p$  خطای پایه ای ( انحراف معیار) کسر جرمی ذرات کوچک تر یا مساوی  $x_i$  یعنی  $Q_r(x_i)$  .

## ۵ اصول نمونه برداری و تقسیم نمونه

### ۱۵ کلیات

مواد ذره ای شامل ذرات مجزا است، که هر یک دارای خواص منحصر به فردی مانند: اندازه، شکل، مساحت

سطح، جرم حجمی و یا ترکیب، می باشند. گاهی اوقات این مواد کاملاً مخلوط شده ولی در اغلب مواقع با

توجه به موقعیت مکانی توده و/یا زمان تولید، فقط تغییراتی تصادفی را نشان می دهند. به هر حال، اغلب

تفاوت های موجود، به دلیل تمایل ماده به جاری شدن و نوسانات فرآیند تولید می باشد، که می تواند سبب

انحراف منظم میان میانگین مشخصه ها در نقاط و زمان های مختلف شود. برای نمونه گیری معرف محموله،

هریک از ذرات در توده محصول باید احتمال یک سان برای برداشت را داشته باشند. برای موادی که کاملاً

مخلوط شده اند یک نمونه با مقدار مناسب، ممکن است کافی باشد. برای اغلب مواد، درجه ای از تفاوت مورد

انتظار است. بنابر این، چندین نمونه افزونه ای باید از نقاط مختلف یا زمان های متفاوت تولید گرفته شود. این ها همه آنالیز شده یا با یکدیگر مخلوط شده و یک نمونه اولیه به دست می آید. در اغلب موارد دستورالعملی جهت تهیه نمونه معرف وجود ندارد. کیفیت روش نمونه برداری تنها با اندازه گیری ارزیابی می شود، اغلب نمونه اولیه جمع آوری شده با این روش، برای توصیف خواص مورد نیاز بسیار بزرگ است، بنابراین تقسیم نمونه تا جایی ضروری است، که بتوان به میزان نمونه مورد نیاز برای آزمون دست یافت.

خطای کلی نمونه برداری و تقسیم نمونه شامل دو بخش خطای پایه ای<sup>۱</sup> و خطای افتراق<sup>۲</sup>، می باشد. خطای پایه ای به ماهیت هریک از ذرات که خواص متفاوتی دارند، بستگی دارد. این یک خطای آماری است و مربوط به تغییرات تصادفی مشخصه ها با توجه به موقعیت نمونه ها در توده اصلی می باشد. این حد پایینی خطای کلی نمونه برداری است. این خطا به مقدار (تعداد، جرم) نمونه گرفته شده، بستگی دارد. خطای افتراق به درجه افتراق یا درجه مخلوط نشدن ذرات با توجه به اندازه، شکل و جرم حجمی آن ها بستگی دارد. این خطا قابل پیش بینی نیست، لیکن می تواند با اندازه گیری نمونه های گرفته شده از نقاط مختلف توده<sup>۳</sup> و زمان های مختلف تولید، ارزیابی شود (به بند ۵-۳ مراجعه کنید). آگاهی از رفتار پیچیده مواد ذره ای برای تهیه روشی کامل جهت نمونه برداری و تقسیم نمونه مورد نیاز است، که باید در طرح نمونه برداری شرح داده شود (طبق بند ۶).

## ۵ ۲ خطای پایه ای

### ۵ ۴ توزیع های عددی $Q(x)$

برای توزیع اندازه ای بر پایه تعداد، خطای اصلی (که به صورت واریانس  $\text{var}$  یا توان دوم انحراف معیار

---

1-Fundamental error  
2-Segregation error  
3-Bulk

کسر  $Q(x_i)$  در هر نقطه  $x_i$  بیان می شود، می تواند با استفاده از رابطه ریاضی توزیع دو جمله ای<sup>۱</sup>، محاسبه شود [۱] و [۶].

$$\text{Var}[Q_0(x_i)] = \sigma_{Q_0,i}^2 = Q_0(x_i)[1 - Q_0(x_i)]/n \quad [۱]$$

در صورتی که تعداد ذرات در یک گروه اندازه ای یا بالای یک اندازه خاص در مقایسه با مجموع ذرات برداشته شده جهت اندازه گیری کم تر باشد، آن گاه ممکن است از توزیع آماری پواسون<sup>۲</sup> برای برآورد واریانس یا انحراف معیار، استفاده شود.

$$\text{Var}(n_0) = \sigma(n_0)^2 = n_0 \quad [۲]$$

برای مثال: برای تعداد ذرات بزرگ تر از  $x_{90}$ ، می توان به صورت زیر بیان شود:

$$n_0 = [1 - Q_0(x_{90})]n \quad [۳]$$

و چون  $Q_0(x_i) = 0.9$  یا تقریباً یک است معادله های ۱ و ۳ تقریباً جواب های یک سان می دهند، اگر خطای پایه ای تنها خطا باشد، کم ترین تعداد ذرات مورد نیاز ( $n_{min}$ ) برای دست یابی به حداکثر انحراف ( $\epsilon_{max}$ ) با یک سطح اطمینان مشخص، می تواند به طریقه زیر به دست آید:

$$\epsilon_{max} = z_c \sigma_{Q_0,i} = z_c \sqrt{Q_0(x_i)[1 - Q_0(x_i)]/n_{min}} \quad [۴]$$

یا

$$n_{min} = \{Q_0(x_i)[1 - Q_0(x_i)]\} z_c^2 / \epsilon_{max}^2 \quad [۵]$$

که  $Z_c$  مقدار بحرانی  $Z$  مربوط به سطح اطمینان مشخص با فرض توزیع آماری نرمال استاندارد می باشد و می تواند از جدول های آماری به دست آید.

انحراف معیار  $X$  می تواند از حاصل ضرب  $Q_{0,i}$  در وارون شیب توزیع تجمعی اندازه ذرات در نقطه  $x$  به دست آید (شکل ۶) را ببینید.

$$\sigma_{xi} = \sigma_{Q0,i} dx_i/dQ_0(x_i) \quad [6]$$

ضریب تغییرات  $x$  می تواند از حاصل ضرب این انحراف معیار در ۱۰۰ و تقسیم بر  $x_i$  محاسبه شود.

$$CV_{xi} = 100\sigma_{xi}/x_i \quad [7]$$

## ۲۴۵ توزیع های برپایه جرم یا حجم $Q_r(x)$

برای توزیع های اندازه ای بر پایه جرم یا حجم، محاسبه معمول خطای پایه ای ساده نیست. یک راه، استفاده از برنامه صفحه گسترده (مانند: Excel) برای تبدیل توزیع اندازه ای بر پایه حجم اندازه گیری شده یک نمونه عادی به توزیع عددی متناظر می باشد. اصول تبدیل و معادله های آن در ۴ ISO ۹۲۷۶ آورده شده است.

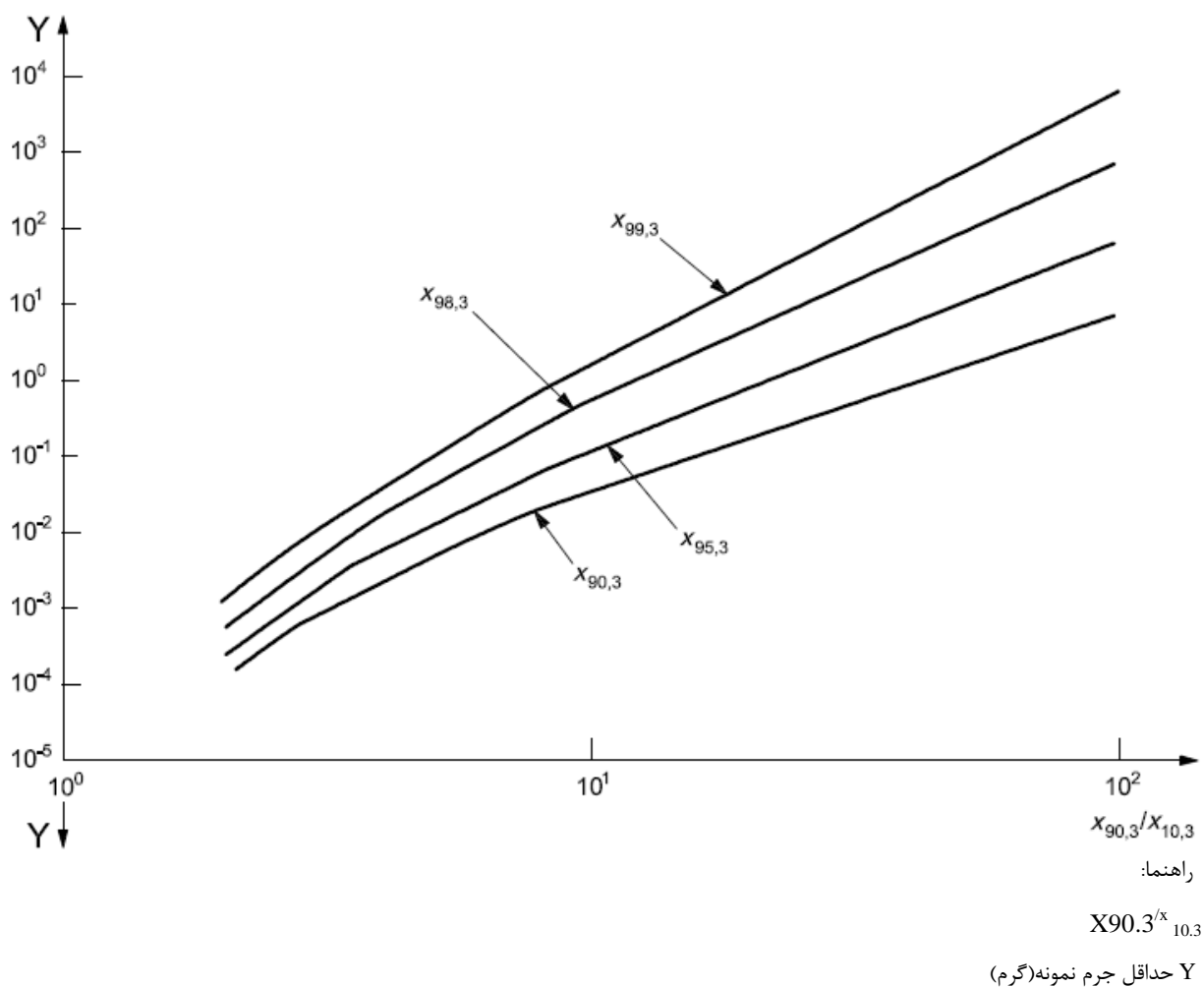
اولین گام در روش نمونه برداری باید برآورد حداقل میزان نمونه با توجه به حداقل خطای پایه ای باشد. مثالی از نتایج حاصل از این محاسبه ها در شکل های ۱ و ۲ برای ضریب تغییرات ۱٪ در  $x$  برای مشخصه های مختلف اندازه ها، به صورت لگ- نرمال<sup>۱</sup> توزیع اندازه ای ذرات نشان داده شده اند. محاسبه ها برای توزیع در اطراف میانه ذرات با اندازه حدود  $\mu\text{m}$  و جرم حجمی  $1000 \text{ kg/m}^3$ ، انجام شده است. جزئیات محاسبه در پیوست ب داده شده است.

شکل ۱ نشان می دهد که برای یک صدک ثابت، جرم نمونه مورد نیاز برای دست یابی به ضریب تغییرات یک درصد، با توجه به گستره توزیع اندازه ذرات، افزایش می یابد.

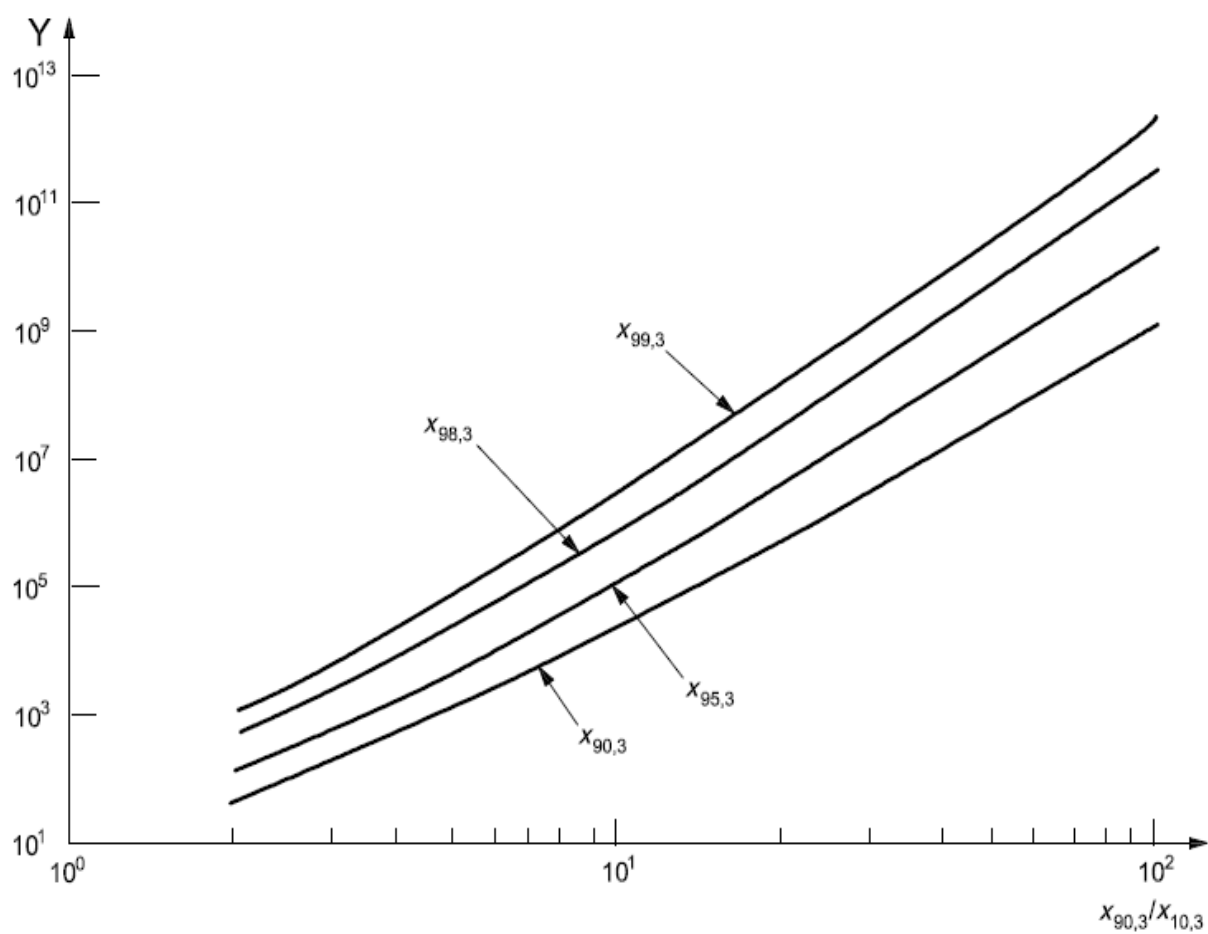
این از حدود ۱۰ میلی گرم تا یک کیلوگرم افزایش می یابد. چنان که نسبت گستره توزیع  $(x_{90,3}/x_{10,3})$  از ۲ تا ۱۰۰ افزایش می یابد. اگر خطای پایه ای برای صدک های نزدیک بالاترین حد توزیع  $(x_{99,3}, x_{98,3}, x_{97,3})$  تا ۱۰۰ افزایش می یابد. اگر خطای پایه ای برای صدک های نزدیک بالاترین حد توزیع  $(x_{90,3}$  و  $x_{95,3})$  ثابت باشد، جرم نمونه مورد نیاز افزایش می یابد. باید توجه داشت که، برای یک توزیع جرمی، ۱۰ برابر بالاتر از میانگین اندازه ای ذرات به ۱۰۰۰ برابر بیشتر جرم نمونه مورد نیاز است و برعکس، هم چنین باید توجه داشت که با قبول ۱۰ برابری ضریب تغییرات در خطای پایه ای، نمونه جرم مورد نیاز نمونه ۱۰۰ برابر کاهش می یابد.



شکل ۲ نشان می دهد که، برای نسبت های بزرگ تر گستره توزیع، تعداد بیشتری ذرات باید منظور گردد تا از تثبیت خطای کم تر از ۱ درصد ضریب تغییرات، اطمینان حاصل کرد. برای توزیع اندازه ای با گستره بسیار محدود، شمارش چند صد ذره مورد نیاز است، ولیکن برای توزیع های اندازه ای با گستره خیلی زیاد، تعداد بیش از ۱۰۰۰۰۰۰۰ ذره، باید شمارش و ارزیابی شود.



شکل ۱ - نمودار حداقل جرم نمونه برای درجه آزادی یک درصد



Y نسبت مجموع تعداد ذرات به ذرات بزرگ تر از اندازه خاص.

شکل ۲ - نمودار نسبت تعداد کل ذرات به بخشی از آن

### ۵ ۳ خطای کلی / تعداد نمونه ها یا نمونه های افزونه ای

همواره درجه ای از افتراق در محصول، قابل انتظار است. خطای کلی نمونه برداری باید با اندازه گیری مشخصه مورد نظر، در چندین نمونه تعیین شود. این نمونه ها باید دارای اندازه تقریبی یک سان و از نقاط مختلف توده یا در زمان های مختلف فرآیند تولید، گرفته شود. حداقل اندازه نمونه باید مطابق با بند ۵ ۲ و پیوست ب، محاسبه شود.

از چندین اندازه گیری مقدار  $\bar{y}$  مشخصه، مقدار میانگین  $y$  و انحراف معیار آن  $S_y$  می تواند به طریق زیر محاسبه شود:

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum y_i \quad [۸]$$

و

$$s_y = \sqrt{\frac{\sum (\bar{y} - y_i)^2}{N-1}} \quad [۹]$$

در این جا  $N$  تعداد نمونه های اندازه گیری شده می باشد. این خطای کلی ممکن است در ابتدا با خطای پایه ای محاسبه شده به طریق بالا و درجه افتراق تعیین شده، مقایسه شود. ثانیاً این می تواند به حدود اطمینان نمایان گر حداکثر سطح انحراف  $\max$  در سطح اطمینان داده شده مورد استفاده، تبدیل شود.

$$\epsilon_{\max} = t s_y / \sqrt{N} \quad [۱۰]$$

در این جا  $t$  عامل  $t$  - اسیتودنت برای معنی دار بودن آماری است، که می تواند از جدول های آماری به دست آید. مقدار  $t$  به سطح اطمینان در نظر گرفته شده و درجه آزادی  $(N-1)$ ، بستگی دارد. تعداد نمونه ها (یا نمونه های افزونه ای)  $N_r$  مورد نیاز با انحراف  $\max$  در یک سطح اطمینان تعریف شده و در گستره بین مقادیر متوسط تخمینی و واقعی  $y$  از معادله ۱۰، قابل محاسبه می باشد.

$$N_r = (ts_y / \varepsilon_{\max})^2$$

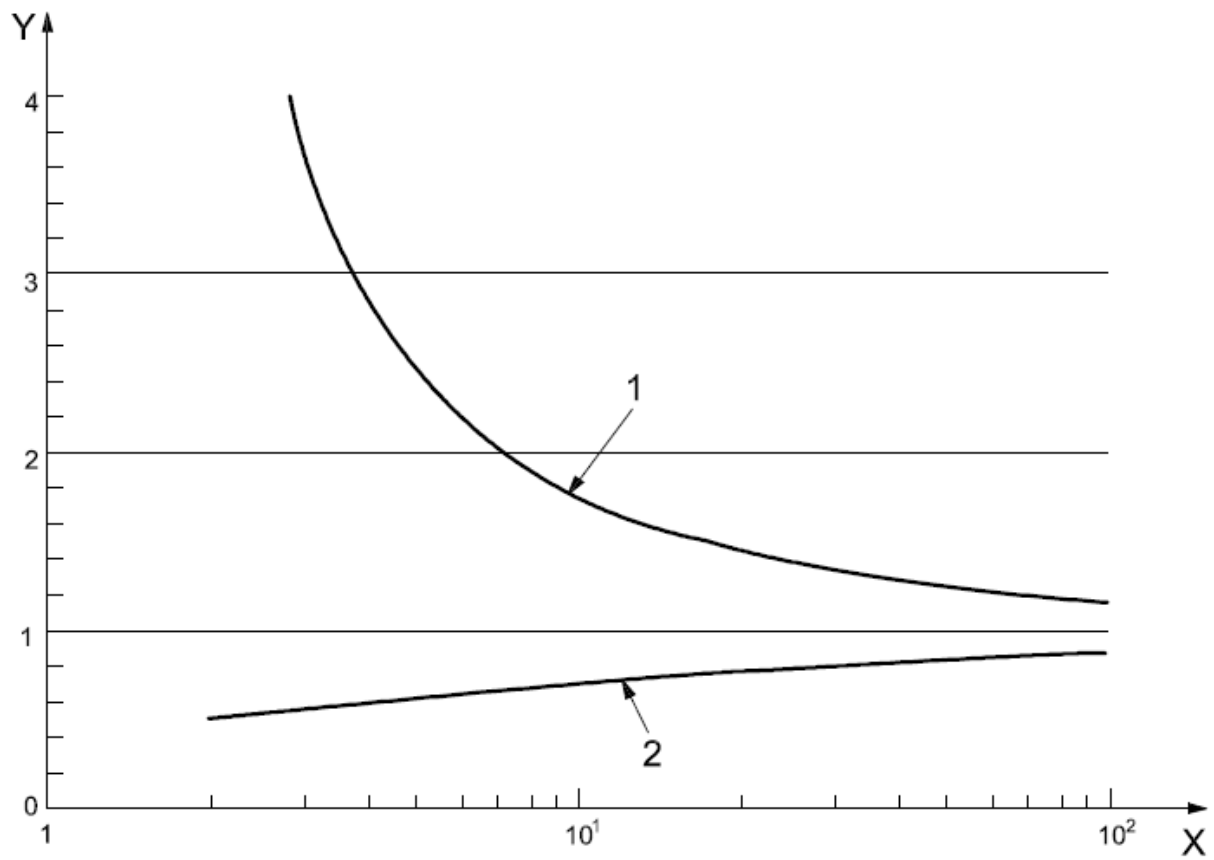
[۱۱]

هنگامی که مقادیر اندازه گیری شده  $y$  از توزیع نرمال گوسین<sup>۱</sup> پیروی می کند که به طور معمول صحیح می باشد، در نتیجه فاصله اطمینان این اندازه گیری ها می تواند از توزیع نامتقارن مربع خی<sup>۲</sup> که نامتقارن است به دست آید. این امر در شکل ۳ شرح داده شده است، که نشان می دهد حدود اطمینان ۹۵ درصد برای نسبت انحراف معیار واقعی به انحراف معیار برآورد شده، تابعی از تعداد درجه آزادی می باشد.

شکل ثبات فاصله اطمینان، در زمانی که به طور معمول بیش از ۳۰ نمونه با هدف تامین بهترین تخمین دقت گرفته شده را نشان می دهد. اندازه گیری اندازه ذرات، سطح خارجی ذرات، تخمین انحراف معیار، میانگین مشخصه اندازه گیری شده، تنها در ابتدا یعنی زمانی که یک توده محصول داده شده یا طی فرآیند تولید و یا در ضمن تایید آن قابل انجام است. هنگامی که محصولات طبق برنامه منظمی کنترل می شوند کمترین تعداد نمونه به منظور ارزیابی کیفیت محصول که ممکن است به عنوان نمونه افزونه ای گرفته شود مورد نیاز است. این نمونه های اولیه در صورت دارا بودن جرم یک سان جهت ایجاد یک نمونه کلی با هم ترکیب می شوند. این چنین نمونه ای ممکن است برای تعیین ویژگی (ها) بسیار بزرگ باشد. بنابر این، جهت تامین میزان آزمونه مورد نیاز اجبار به تقسیم آن داریم، در ضمن جهت تقسیم نمونه های کلی معادله های مشابهی می توانند استفاده شود، که در ابتدای این بند نشان داده شده است.

---

1-Gaussian  
2-Chi- squared distribution



راهنما:

X تعداد درجات آزادی.

Y نسبت انحراف معیار واقعی به انحراف معیار محاسبه شده.

۱ حد بالایی .

۲ حد پایینی.

شکل ۳ - نمودار حدود اطمینان ۹۵ درصد برای فواصل اطمینان انحراف معیار

## ۶ طرح نمونه برداری

طرح نمونه برداری باید مشخص و مستند باشد. اگر از استاندارد کیفیت سری ISO 9000 استفاده می شود،

طرح نمونه برداری باید بخشی از مستندات سیستم کیفیت باشد (منع ۱۱ را ببینید).

طرح نمونه برداری باید شامل بخش عمومی و فنی باشد.

توصیه می شود ولیکن اجبار نیست، که طرح نمونه برداری باید شامل کلیه مراحل مختلف نمونه برداری از

نمونه برداری اولیه تا آزمون نهایی، باشد.

بخش عمومی حداقل باید شامل موارد زیر باشد:

- شرح مواد
- کلیه اطلاعات اندازه گیری شده مربوط به مواد پودری، که باید بر روی آن ها موجود باشد (برای مثال: تنوع، رطوبت گیری، واکنش پذیری، چسبندگی و همانند آن ها).
- تمامی خطرات احتمالی مواد پودری ( برای مثال : سمیت و اشتعال پذیری).
- شرح کاربرد
- موارد استفاده قابل تخمین از اطلاعات مواد پودری ( برای مثال: قرارداد فروشنده، میزان کیفیت داخلی).
- تغییرات تصادفی مورد انتظار در زمانهای خاص (برای مثال: میانگین درصد مواد ریزتر از ۱۰ میکرون در بهر محصول).
- واریانس (ضریب تغییرات) و حد اطمینان مربوط به کلیه مراحل تقسیم نمونه باید مشخص شود. هم چنین واریانس تخمینی تقسیم نمونه کل، باید محاسبه شود.
- بخش فنی باید حداقل شامل موارد زیر باشد:
- ظاهر فیزیکی پودر در نقاط نمونه برداری.
- محل های نمونه برداری برای کلیه نمونه برداری ها و مراحل تقسیم نمونه، شامل الزامات محل.
- روش نمونه برداری اولیه (اگر امکان پذیر باشد) (تصادفی، منظم، لایه لایه، مرحله ای، ترتیبی).

- روش برداشت از نمونه اولیه (پیوسته، مجزا).
- نحوه افزودن (زمان، جرم، تعداد).
- میزان افزودن (تعداد ذرات یا جرم) در نمونه برداری یا مراحل تقسیم نمونه .
- دفعات افزودن، که باید در نمونه برداری اولیه یا مراحل بعدی تقسیم نمونه گرفته شود.
- دفعات افزودن انتخاب شده، که باید برای تقسیم بیشتر نمونه گرفته شود.
- ترکیب نمونه های اولیه (اگر امکان پذیر باشد).
- نسبت های کاهش مورد نیاز برای کلیه مراحل تقسیم نمونه و نسبت های کاهش کلی برای آزمون
- روش (های) تقسیم نمونه (یک یا چندمرحله ای) .
- شرح جزئیات کلیه روش های دیگر مورد استفاده (مانند: مخلوط کردن، پراکنده سازی از طریق امواج صوتی، اضافه کردن مواد پراکنده کننده) .
- روش تجزیه نهایی
- دفعات تکرار اندازه گیری برای هر آزمون.
- کلیه وسایل مورد نیاز جهت نمونه برداری و مراحل تقسیم نمونه .
- روش های تمیز کردن وسایل و ظروف نمونه برداری.
- آماده سازی کارکنان در هر مرحله از نمونه برداری .
- نشانه گذاری نمونه .
- مکان(ها) و روش(های)ذخیره نمونه .
- کلیه وسایل و روش ها، باید مورد تایید و مدارک مربوط بخشی از طرح نمونه برداری باشند.
- الزامات بیان شده در بند ۷ باید به کار گرفته شود.

۷ روش های عمومی

۱۴ اقدامات ایمنی

هنگامی که نمونه برداری و حمل مواد خطرناک انجام می شود، رعایت اقدامات ایمنی ضروری است. باید به الزامات قانونی مربوط توجه شود. و مراجع لازم در مورد اطلاعات سم شناسی، اقدامات احتیاطی برای محافظت از متصدی و اقدامات درمانی در برخورد با وقایع، در طرح نمونه برداری آورده شود. باید اقدامات شرح داده شده در استاندارد ISO ۳۱۶۵ را مد نظر داشت.

#### ۲۴ نمونه برداری اولیه

در نمونه برداری معرف محموله از توده مواد ذره ای باید، کلیه ذرات احتمال یک سانی برای انتخاب شدن به عنوان نمونه در مقادیر داده شده، داشته باشند. نمونه های افزونه با اندازه تقریبی یک سان، باید در صورت امکان از نقاط زیادی از محموله گرفته شده و با یکدیگر مخلوط شوند تا به نمونه کلی برسیم. این نقاط باید به دقت انتخاب شده و در طرح نمونه برداری شرح داده شوند.

به منظور کم کردن خطاهای ناشی از افتراق، نمونه برداری باید از نقاطی که افتراق در آن حداقل است، انجام گیرد. نمونه برداری از جریان جاری مواد روشی با اولویت می باشد. برخی از قواعد عمومی در طراحی وسایل نمونه برداری که باید در نظر گرفته شوند به شرح زیر می باشد:

- اولویت طرح شامل جمع آوری مستمر نمونه از تمام نقاط جریان مواد در مدت زمان معین و عدم تمرکز در یک محل خاص می باشد.
- تواتر نمونه برداری باید مستقل از تغییرات فرآیندهای اصلی و یا توالی بارگذاری و حمل باشد، اگر تواتر چنین تغییراتی مشخص نباشد، تحقیقات بیشتر ضروری است (منابع ۸ و ۲ را مشاهده کنید).
- از نظر ابزار نمونه گیری و ظروف نمونه، نباید محدودیتی وجود داشته باشد، به گونه ای که، حتی بزرگ ترین ذرات به راحتی قابل برداشت و نگه داری باشند. بنابراین باید قطر لوله های نمونه گیری و فاصله بین لبه های برش حداقل سه برابر اندازه بزرگ ترین ذرات و نباید کوچک تر از ۱۰ میلی متر باشد. به هر حال، برای مایعات پراکنده کننده ذرات کوچک، حداقل اندازه ۲ میلی متر، قابل پذیرش است .
- ظرف نمونه باید دارای حجم کافی باشد، به گونه ای که، تمام نمونه به راحتی قابل برداشت باشد.



- نمونه گیر باید دارای جداره های نازک یا لبه های تیز باشد تا بتوان کنترل بهتری بر برداشت ذرات بر اساس مرکز ثقل آن ها داشت.
- سرعت دستگاه برش نمونه یا لوله نمونه گیر باید به اندازه کافی کم باشد تا مانع از دست رفتن ذرات بزرگ در اثر برخورد با لبه های برنده یا لوله شود و هم چنین ذرات کوچک تر در نتیجه جریان عمودی هوا پراکنده شوند. با یک حساب ساده سرعت تیغه برنده باید کم تر از ۴۰ سانتی متر در ثانیه باشد.
- لوله های نمونه برداری موضعی در خطوط لوله، باید هم محور با لوله باشند.
- در صورت امکان نمونه برداری در خطوط لوله باید با سرعت یکنواخت انجام گیرد و این در حالی است که، سرعت جریان خطی تقریباً یک سان نگه داشته شود. جریان در خطوط لوله باید کاملاً غیر متلاطم یا مخلوط شده باشد. نباید رژیم های میانی جریان مورد استفاده قرار گیرد .

**هشدار-** نمونه برداری دستی از توده ها همیشه با افتراق مواد همراه است، بنابر این دارای خطای زیادی است.

#### ۳۴ کار با نمونه

نمونه های افزونه در تمام مراحل تقسیم، آماده سازی و اندازه گیری باید به طور کامل مورد استفاده قرار گیرند. به آن ها نباید چیزی اضافه و یا کم شود. نمونه های ناقص و یا آلوده نباید مورد استفاده قرار گیرند. در تمام مراحل و روش ها نمونه باید از هرگونه آلودگی به وسیله ذرات خارجی، محافظت شود. نمونه ها نباید بیش از اندازه حمل و یا دست کاری شوند. اگر نقل و انتقال اجتناب ناپذیر باشد، روش حمل باید مورد توافق طرفین باشد. انتقال و کار با نمونه باید مورد تایید باشد تا از عدم هر گونه تغییرات در خواص مورد نظر ذرات، اطمینان حاصل شود .

هر روش کار با نمونه مانند: همگن سازی از طریق اختلاط، خشک کردن گرمایی یا پراکنده کردن با امواج صوتی یا دیگر روش ها، به جهت اطمینان از جلوگیری از تغییرات در خواص ذرات، باید مورد تایید باشند.

شرایط مناسب و مورد تایید خشک کردن گرمایی (مانند: منبع گرما، درجه حرارت، جو، تهویه، ) باید تعیین شود. پس از خشک کردن گرمایی باید به مواد اجازه داد تا در دسیکاتور خنک شوند. اگر مواد جاذب رطوبت باشند باید در دسیکاتور نگه داری شوند .

شرایط مناسب و مورد تایید پخش مواد باید به روشنی بیان شود.

نمونه ها باید در محلی ذخیره شوند که هیچ گونه تغییراتی در خواص مورد نظر آن ها رخ ندهد آن ها باید در مکانی دور از تابش نور مستقیم خورشید و درجه حرارت بالایی که منجر به ایجاد تغییر در آن ها شود، نگه داری شوند. دوره نگه داری طولانی باید قانونی و مورد تایید باشد. کلیه تجهیزات مورد استفاده در نمونه برداری باید کاملاً تمیز باشند.

#### ۴۶ ظروف نمونه برداری

ظروف مورد استفاده برای نگه داری هر نمونه باید قادر به حفظ کیفیت نمونه باشد. ظرف نگه داری باید تمیز و کاملاً محکم باشد. ظرف مورد استفاده برای نگه داری نمونه باید دارای در پوشی برای بستن آن به منظور محافظت در مقابل شرایط مختلف باشد.

#### ۵۶ علامت گذاری ظروف حامل نمونه

اگر نمونه های تقسیم شده فوراً مورد استفاده قرار نگیرند، ظروف حاوی آن ها باید علامت گذاری شوند. علامت گذاری نمونه ها باید دارای آگاهی های زیر باشد:

- شناسایی نمونه .
- شماره.
- در حالت تهیه نمونه های مشابه، تعداد کل نمونه ها و شماره هر نمونه از کل.
- تعیین سطح نمونه برداری .
- نام محصول.
- شماره شناسایی بهر و نام تولید کننده .
- تاریخ آماده سازی نمونه .
- نام شخص آماده کننده نمونه و مسئولیت آن .
- سایر اطلاعات مورد نیاز (اگر در دست رس باشد).
- شناسایی مایع حامل .

- هرگونه عامل پخش کننده یا تثبیت کننده مورد استفاده .
  - سایر مواردی که نمونه از آن متاثر می گردد.
  - خواص منحصر به فرد ماده مانند: قدرت جذب رطوبت ، میل به افتراق.
  - اطلاعات مربوط به ایمنی.
  - معرفی طرح نمونه برداری مورد استفاده .
- یک راه حل علامت گذاری ظروف نمونه با شماره های شناسایی می باشد، که می تواند مرتبط با آگاهی های فوق باشد. این شماره ها در دفتر آماده سازی نمونه آزمایشگاه و یا فایل کامپیوتر، ثبت می شوند. فایل های کامپیوتری باید دارای یک نسخه پشتیبان باشند.
- در تقسیم بیشتر نمونه های ذخیره شده، مشخصات نمونه اصلی باید روی ظروف نمونه های تقسیم شده جدید، ثبت شود.
- علامت گذاری روی ظروف نمونه باید به گونه ای انجام شود، که در طول مدت نگه داری نمونه، ناخوانا نشوند.

#### ۸ روش های تقسیم نمونه

##### ۸-۱ کلیات

اغلب اندازه نمونه های اولیه برای تعیین خصوصیات آن ها خیلی بزرگ است. در این حالت، نمونه باید تقسیم شده تا به آزمونه با اندازه مناسب برسیم. چندین روش تقسیم نمونه وجود دارد. کاربرد آن ها بستگی به خصوصیات جریان و یکنواختی نمونه اولیه دارد، که آزمونه معرف از آن گرفته می شود. برخی اوقات روش های متفاوت به صورت ترکیبی استفاده می شوند.

##### ۸-۲ نمونه گیر دوار<sup>۱</sup>

نمونه گیر دوار بهترین گزینه برای تهیه نمونه های فرعی از مواد ذره ای دارای جریان آزاد می باشد. مواد دیگر ممکن است در مقادیری مشخص دارای جریان آزاد شوند. پودرهای چسبنده و شدیداً توده ای از

---

1-Spining riffler

این قاعده مستثنی هستند. نمونه بردار دوار در اندازه های مختلف موجود است، آن ها می توانند نمونه های به وزن ۱/۵ تا ۳۰۰ گرم تهیه نمایند.

نمونه گیر دوار شامل قیف تغذیه، تغذیه کننده مرتعش و یک صفحه گردان یا حلقه مقسم گردان که نگه دارنده های نمونه روی آن قرار می گیرند .

پیش از تقسیم نمونه، نمونه بردار باید تمیز شود . طراحی قیف نمونه گیر باید به صورت ثابت و یک پارچه باشد، حتی اگر از جریان توده ماده نمونه برداری اطمینان حاصل شده باشد. نگه دارنده های نمونه باید به گونه ای طراحی شوند، که ماده نمونه برداری شده از آن بیرون نریزد یا در بین قیف، تغذیه کننده مرتعش، حلقه مقسم یا قسمت های دیگر نمونه بردار، گیر نکند. دقت ویژه باید در طراحی نمونه گیر و بکارگیری آن به عمل آید، به گونه ای که، موادی در بین نگه دارنده های نمونه باقی نماند. مواد باید به دقت پیش از قرار گرفتن در قیف تغذیه با هم مخلوط شوند. تغذیه کننده لرزان پس از آن فعال شده و اجازه داده شود تا عمل کرده و تمام نمونه تقسیم شود. هنگامی که دستگاه نمونه گیر کار می کند، قیف و تغذیه کننده دوار باید تمیز شوند، به گونه ای که، هیچ گونه ماده ای در آن ها باقی نماند.

#### ۸-۳ مقسم شیاردار ثابت<sup>۱</sup>

شیارهای ساکن (میز شیاردار یا ناودان شیاردار) قادر به تهیه نمونه به مقادیر زیاد از مواد است که به راحتی جریان داشته یا می توانند جریان یابند. کیفیت تقسیم معمولاً نسبت به نمونه گیر دوار پایین تر است. این ها معمولاً برای موادی که دارای اندازه خیلی درشت هستند به کار می روند و نباید برای موادی که به راحتی ایجاد گرد و غبار می کنند یا مواد سست، مورد استفاده قرار گیرند.

مواد باید در ظرف تغذیه با دقت مخلوط شود و به طور یکنواخت به درون مقسم ریخته تا به قسمت های مختلف تقسیم شود. در هنگام تقسیم نمونه هر یک از بخش های مقسم باید به صورت تصادفی انتخاب شود.

مواظب باشید که شیارها مسدود نشود. اگر مسدود شدن اتفاق افتاد، تمام نمونه باید دوباره مخلوط شده و پس از تمیز کردن شیار، مجدداً پر گردد.

از ریختن آرام نمونه به داخل شیار باید پرهیز کرد. انتخاب اندازه شیار مقسم باید با توجه به جدول ۱ انجام گیرد.

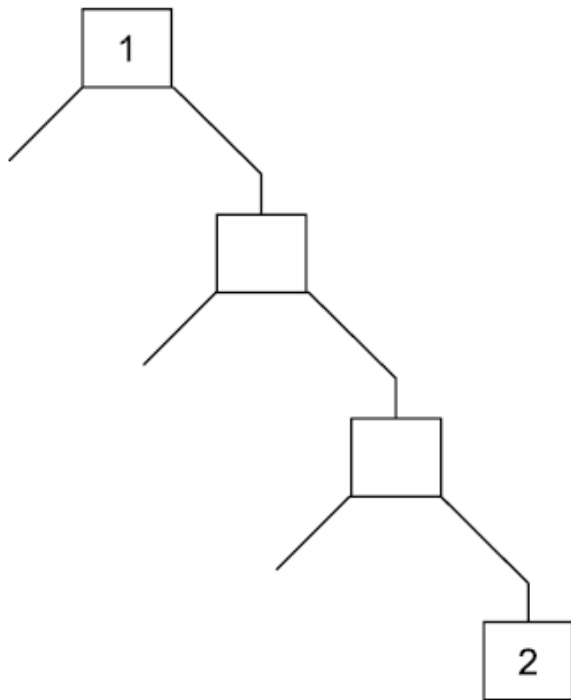
جدول ۱ اندازه شیار ثابت که باید استفاده شود

(ابعاد برحسب میلی متر)

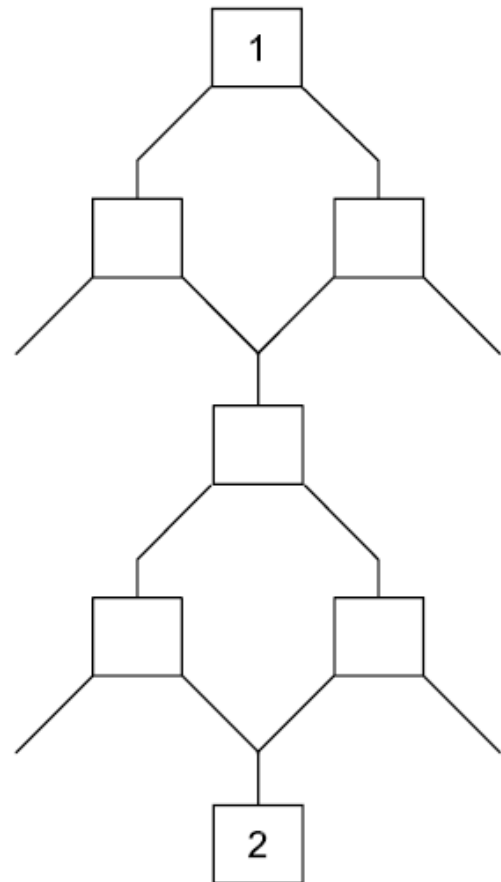
ابعاد حفره	حداکثر اندازه ذره
۵۰	۲۰-۱۶
۳۰	۱۶-۱۰
۲۰	۱۰-۵
۱۰	۵-۴/۵
۶	کم تر از ۲/۵

شیار ثابت با توجه به یکی از دو روش شرح داده شده در شکل ۴، باید مورد استفاده قرار گیرد. در روش ۱، نمونه به دو بخش تقسیم می شود. یکی از این دو بخش به دو قسمت دیگر تقسیم می شود، این ادامه می یابد تا به اندازه نمونه مورد نیاز برای تجزیه نهایی برسیم.

نسبت کاهش تقسیم در مرحله L برای  $\frac{1}{2L}$  می باشد



روش ۱



روش ۲

راهنمای شکل:

۱- نمونه ای که باید تقسیم شود.

۲- نمونه تقسیم شده .

#### شکل ۴- شمای ریختن در یک شیار

در روش ۲، نمونه به دو بخش تقسیم شده و هر دو بخش به طور جداگانه به دو قسمت تقسیم می شود و دو تا از این دو نیمه با یکدیگر ترکیب شده و حاصل آن نمونه ترکیبی می باشد. سپس، همانند مرحله دوم

مجدداً تقسیم انجام می گیرد. نسبت کاهش  $\frac{1}{2 \cdot 3}$  می باشد .

روش ۲ روش مناسب تر است .

#### ۴۸ مخروطی (کپه) کردن و تقسیم چهارتایی

##### ۱۴۸ کلیات

روش مخروطی (کپه) کردن و تقسیم چهارتایی به طور رضایت بخش برای مواد پودری با خواص جاری شدن ضعیف می تواند مورد استفاده قرار گیرد. به دلیل بکار گیری روش های دستی، دقت این روش بستگی به میزان حساسیت متصدی تقسیم دارد .

#### ۲۴۸- مخروطی کردن و تقسیم چهارتایی مواد پودری

ماده ای که مخروطی و تقسیم می شود، باید به طور کامل در ظرف مخلوط کن مخلوط شود. سپس با دقت روی سطحی تمیز، سخت و بدون منفذ ریخته شود. عملیات ریختن باید در یک مرحله انجام شده و نقطه ریزش (محل خاص) نباید از خط وسط مخروطی، در مدت ریزش نمونه منحرف شود. برای تقسیم چهارتایی از یک برنده که دارای چهار پره می باشد، استفاده کنید. ارتفاع هر پره باید از ارتفاع مخروط حاصله از ریزش نمونه بلندتر باشد. برنده را به دقت در بالای نمونه قرار دهید. حرکت پره ها باید در امتداد خطوط مرکزی مخروط نمونه باشد. دقت کنید تا برنده دقیقا به عمق نمونه فرو رود. یکی از قسمت ها را به طور تصادفی انتخاب کنید، سپس نمونه را بدون حرکت دادن برنده خارج کنید. کلیه ذرات باید خارج شوند، در صورت نیاز از یک برس کوچک استفاده کنید.

**هشدار-** این روش خطای تصادفی زیادی داشته و به دقت متصدی تقسیم، بستگی دارد. هم چنین این روش ممکن است دارای خطای سیستماتیک باشد. بنابراین، باید پیش از استفاده، ارزیابی و مورد تأیید قرار گیرد.

هنگامی که این روش برای مواد خمیری استفاده می شود، ماده به شکل مخروطی در می آید. ممکن است از قالب مخروطی دو نیمه استفاده شود، به غیر از این، سایر موارد روش شبیه مخروطی کردن و تقسیم چهارتایی مواد پودری خشک می باشد.

تقسیم چهارتایی خمیر صاف و سفت شده نباید به طور مستقیم انجام گیرد.

#### ۸- ۵ روش تقسیم افزونه ای

روش تقسیم افزونه ای نه تنها برای موادی که خواص تمایل به جاری شدن خوبی دارند کاربرد دارد، بلکه برای مواد با تمایل کم به جاری شدن هم کاربرد دارد. در این جا نیز کیفیت تقسیم نمونه بستگی زیادی به توانایی متصدی تقسیم دارد.

ماده باید ابتدا به خوبی و بدون ایجاد گرد و غبار مخلوط شود. سپس روی سطح صاف و تمیز به شکل مستطیل با ضخامت یک سان مطابق با جدول ۲ پخش شود. مستطیل را به بخش های مساوی علامت گذاری کنید، تعداد بخش ها بستگی به تعداد نمونه های افزونه ای مورد نیاز دارد. می توان نمونه را از هر نقطه برداشت. انتخاب محل نمونه برداری از بین نقاط باید به صورت تصادفی باشد. پیش از نمونه برداری صفحه را بردارید از بالا تا عمق لایه های پودری که می خواهد از آن نمونه برداری شود، قرار دهید. سپس بیلچه نمونه برداری را در پایین ترین عمق لایه ها قرار دهید، از بیلچه با لبه کند با دیواره کناری استفاده کنید. نمونه در جهت عمود بر صفحه گرفته شود، به صورتی که بیلچه کاملا در تماس با صفحه عمقی باشد. هنگام حرکت بیلچه از کف نمونه آن ها را طوری حرکت دهید، که مطمئن شوید هیچ نمونه ای از دست نمی رود. نمونه های کوچک را با یکدیگر مخلوط کرده تا نمونه ترکیبی به دست آید.



جدول ۴ ضخامت لایه نمونه در تقسیم دستی افزونه ای

ضخامت لایه نمونه	حداکثر اندازه ذرات
۳۵ ۶۰	۲۰
۳۰ ۴۵	۱۶
۲۵ ۴۵	۸
۲۰ ۳۰	۴
۱۵ ۴۵	۲
۱۰ ۱۵	۱
۵ ۱۰	۰/۵ یا ریزتر

اگر مقادیر متفاوتی از نمونه بیش از آن که در روش فوق تامین می شود مورد نیاز باشد، اندازه و تعداد نمونه افزونه باید تغییر کند. با توزین اولین نمونه فرعی گرفته شده، تخمینی از اندازه نمونه ترکیبی نهایی می تواند برآورد شود. اگر تنظیمات ضروری باشد، نمونه فرعی که به صورت معمول گرفته شده است به مواد اصلی برگردانده شده و فرآیند با اندازه یا تعداد جدید نمونه اولیه دوباره تکرار می شود.

این روش نباید در مورد پودرهای که تمایل زیادی به افتراق دارند، به کار برده شود. هم چنین نباید برای موادی که تغییرات زیادی در وزن مخصوص یا اندازه نشان می دهند یا تمایل به ایجاد گرد و غبار دارند به کار رود. از این روش نباید برای مواد خطرناک استفاده شود.

**هشدار** - این روش دارای خطای تصادفی بالا بوده و بستگی زیادی به دقت متصدی تقسیم دارد، هم چنین ممکن است خطاهای سیستماتیک بدهد. از این رو پیش از استفاده باید ارزیابی و تأیید شود.

۸-۶ سرطاس نمونه برداری<sup>۱</sup>

روش سرطاس نمونه برداری عموماً دارای خطای زیادی است، تنها برای مواد کاملاً مخلوط شده، پودرهای چسبنده با توزیع کم اندازه ذرات یا برای مواد خمیری، ممکن است دارای کیفیت مناسب باشد. این روش به دلیل طبیعت دستی بودن، بستگی زیادی به حساسیت متصدی تقسیم دارد.

پیش از نمونه برداری مواد ذره ای باید درون ظرف به خوبی به وسیله هم زدن یا حرکت دورانی، مخلوط شوند. مواد با جریان آزاد باید با چند قطر مایع حاوی مواد پراکنده کننده مخلوط شود تا ایجاد خمیر نماید. (طبق بند ۸-۷). چندین نمونه افزونه ای ترجیحاً حداقل ۱۰ نمونه باید به وسیله سرطاس، قاشق یا اسپاتول گرفته و با هم ترکیب شده تا نمونه مورد آزمون تشکیل شود.

#### ۸-۷ نمونه برداری از خمیر

این روش اجازه استخراج تعداد زیادی نمونه های کوچک از خمیرها و پودرها را پس از این که با یکدیگر مخلوط شده و به خمیر (یکنواخت) تبدیل شدند را می دهد. در یک خمیر، غلظت بالای مواد جامد در مایع پدیده افتراق ذرات را محدود می سازد.

قطعات کوچک خمیری که به عنوان آزمون مورد استفاده قرار می گیرد، ممکن است از خمیر کاملاً مخلوط شده از موادی پودری ریز به دست آید.

پیش از تهیه خمیر مایع، پراکنده کننده حاوی مقدار مناسب مواد پراکنش دهنده را آماده کنید. مراقب باشید مایع پراکنده کننده حاوی ذرات جامد نباشد زیرا موجب تداخل در اندازه گیری می شود، مقداری از پودر جامد را وزن کرده و در یک شیشه ساعت بریزید، سپس چند قطره مایع پراکنش دهنده را روی آن ریخته و به دقت پودر را با آن می آمیزیم تا خمیر تشکیل شود، حجم مایع باید به گونه ای باشد. که مواد به شکل خمیر در آید. بنابراین، مراقب افزودن آخرین قطره های مواد پراکنش دهنده باشید تا با اختلاط کامل خمیر را شکل دهد.

نمونه ها ممکن است از خمیر به صورت تصادفی یا سیستماتیک گرفته شود. در نمونه برداری سیستماتیک سطح خمیر به بخش هایی تقسیم شده و یک نمونه از هر بخش گرفته می شود.

این روش باید از طریق مقایسه آن با روش های دیگر تقسیم نمونه به تائید برسد، تا اطمینان حاصل شود که هیچ گونه شکستگی یا عدم انحلال ذرات، نداده است .

#### ۸-۸ نمونه برداری از سوسپانسیون

##### ۸-۸ کلیات

نمونه برداری از سوسپانسیون ها امکان تهیه نمونه های خیلی کوچک ( $0.1 \text{ cm}^3$  یا کم تر از آن ) را از یک سوسپانسیون یکنواخت در نتیجه اختلاط مواد پراکنده کننده با مواد پودری را می دهد. سوسپانسیون باید در طول مدت زمان نمونه برداری پایدار (بدون ترسیب) باشد.

##### ۸-۸-۲ تقسیم نمونه با پی پت

با پودرها یک سوسپانسیون تهیه کنید، به این صورت که، یک ظرف استوانه ای با مایع حاوی میزان مناسب مواد پراکنده کننده پر کرده و سپس نمونه تهیه شده با یکی از روش های شرح داده شده در پیش را به آن اضافه نمائید. روش های پراکنش باید با توجه به استاندارد بین المللی ISO ۱۴۸۷۷ انجام گیرد. مراقب باشید که پودرها به طور صحیح مرطوب و هیچ ماده ای روی دیواره ظرف باقی نماند. ظرف باید به هم زن و تیغه های ممانعت کننده از ایجاد جریان های متقارن در طول مخلوط کردن، مجهز باشد. سوسپانسیون را کاملاً به هم بزنید، در هنگام هم زدن مقداری از سوسپانسیون را با غلظت مورد نظر با استفاده از پی پت یا قطره چکان با حجم و قطر دهانه مناسب، بردارید.

پس از نمونه برداری پی پت را با حلال مایع سوسپانسیون بدون ذرات شسته، و آن را به نمونه گرفته شده اضافه کنید.

پیش از شستشوی پی پت در سوسپانسیون، سطح خارجی پی پت را تمیز کنید.

این بهترین روش برای پودرهای با حداکثر اندازه ۲۰ تا ۴۰ میکرون می باشد. این روش برای پودرهای با تغییرات زیاد در جرم حجمی ذرات و شکل یا اندازه، مناسب نیست.

هشدار اگر این روش برای پودرهایی که حاوی ذرات درشت و / یا با جرم حجمی بالا استفاده شود، ممکن است این امر موجب شود تا به طور منظم میزان ذرات درشت کاهش یابد.

این روش باید برای کلیه مواد جدید تایید شود.

#### ۸-۳ تقسیم نمونه با استفاده از لوله های موئین چندگانه

چندین نمونه از سوسپانسیون را می توان به طور هم زمان با استفاده از لوله های موئین چندگانه که به صورت منظم در یک ظرف قرار گرفته اند، تهیه کرد. مشخصاً لوله های موئین دارای قطر داخلی ۰/۷ میلی متر می باشند. فرآیند نمونه برداری ممکن است با اندازه گیری حجم مایع سوسپانسیون بدون ذرات جامد به دست آمده از هر لوله به تایید برسد. حجم به دست آمده نمونه از لوله های موئین باید در حدود ۲ درصد، دقیق باشد.

بررسی کنید که نمونه بردار سوسپانسیون تمیز باشد. قبل و بعد از تقسیم نمونه، نمونه گیرها را از نظر گرفتگی امتحان کنید. برای انجام این کار، مایع سوسپانسیون بدون ذرات را به نمونه گیر، اضافه کنید و جریان مایع در لوله های موئین را هنگام اعمال فشار بالا به نمونه گیر، مشاهده کنید. اگر هر نوع گرفتگی مشاهده شد، آن را بر طرف کرده و مجدداً لوله ها را کنترل نمائید.

توصیه می شود، نمونه گیرها نباید برای پودرهایی که حداکثر اندازه ذرات آن ها بیش از یک سوم قطر داخلی لوله موئین است استفاده شود.

حجم مناسب (حدود  $100\text{ cm}^3$ ) از سوسپانسیون را در یک ظرف جداگانه، تهیه کنید و آن را در یک ظرف شیشه ای با حجم تقریبی  $150\text{ cm}^3$  که آب بندی شده و مجهز به یک هم زن و لوله های موئین متصل شده به صفحه ای در کف آن است، بریزید. ظرف را شسته و مایع شستشو را به سوسپانسیون درون ظرف شیشه ای، اضافه کنید. اطمینان یابید که ظرف نمونه ظرفیت کل سوسپانسیون تهیه شده به همراه محلول شستشو را داشته باشد. سوسپانسیون را به طور کامل به مدت زمان ۱۵ تا ۳۰ ثانیه، به هم زنید. هنگام هم زدن فشار منفی کمی را به نمونه گیر وارد کنید، به صورتی که لوله های موئین از سوسپانسیون خالی بماند. لوله های موئین را در دریافت کننده نمونه، قرار دهید و هنگامی که هم زدن سوسپانسیون را ادامه می دهید.

نمونه را با اعمال فشار بالا به نمونه بردار تقسیم کنید. هنگامی که تقسیم تمام شد، نمونه بردار را به طور کامل بشویید.

## ۹ اعتبار دهی<sup>۱</sup>

کیفیت روش تقسیم اولیه نمونه باید با استفاده از مواد واقعی و روش های پذیرفته شده تایید گردد. انحراف معیار حدود اطمینان باید با استفاده از روش های داده در بند ۵ ۳، محاسبه گردد. حداکثر خطا در سطح اطمینان داده شده باید با حداکثر خطای مورد انتظار، مقایسه شود. کیفیت روش (های) تقسیم نمونه باید تایید شوند.

ساده ترین روش اعتباردهی که در هنگام استفاده از روش تقسیم شیاری خشک انجام می شود، روش اعتباردهی جرمی می باشد. جرم نمونه کلی همراه با جرم تمام نمونه های افزونه ای را اندازه گیری کنید. این کار را سه بار تکرار کنید. اگر میانگین از دست رفتن مواد، بیشتر از ۱ درصد یا در یک آزمون بیشتر از ۱/۳ درصد باشد، احتمالاً مقسم شیاردار درست کار نمی کند و باید پیش از استفاده بیشتر اصلاح شود. اگر ضریب تغییرات در جرم نمونه های افزونه ای بزرگ تر از یک درصد باشد، فرض می شود که تقسیم نمونه صحیح کار نمی کند و این باید پیش از استفاده بیشتر، تصحیح شود. اگر ضریب تغییرات در جرم نمونه های افزونه ای بزرگ تر از یک درصد باشد، هم چنین احتمال این که مقسم شیاردار صحیح کار نمی کند، وجود دارد. برای اعتبار دهی سخت گیرانه تر روش تقسیم نمونه، روش ارائه شده در پیوست الف را می توان مورد استفاده قرار داد. ماده ای که می خواهد تقسیم شود باید ماده مرجع استاندارد باشد، که دارای توزیع اندازه ای ذرات و قابلیت جریان مشابه با ماده ای که باید تیمار شود، داشته باشد. نتایج باید با توجه به مجموع واریانس مورد نیاز تایید شوند. این نتایج هم چنین می تواند برای طراحی زنجیره تیمار نمونه، مورد استفاده قرار گیرند.

## پیوست الف

### (اطلاعاتی)

محاسبه واریانس های مراحل مختلف در توالی نمونه برداری.

#### الف - ۱ کلیات

واریانس های مراحل مختلف در توالی نمونه برداری، می تواند با روشی تجربی در برگیرنده تمام یا بخشی از توالی، تخمین زده شود.

#### الف ۲ توالی کامل<sup>۱</sup>

در توالی کامل، تمام نمونه های جزئی گرفته شده، مورد آزمون یا آنالیز قرار می گیرند. علائم  $X_i$ ،  $X_{ij}$  و  $X_{ijk}$  مقادیر آزمایشی متغیر تصادفی  $X$  در مراحل مختلف نمونه برداری و آنالیز اندازه ای را مشخص می کنند (شکل الف- ۱ را ببینید).

علامت  $X_{ij}$  برای میانگین تمام  $k$  استفاده می شود،  $X_i$  برای میانگین تمام  $k$  استفاده می شود و  $X_{\dots}$  برای میانگین تمام  $i, j, k$  استفاده می شود. تعداد نمونه افزایشی اولیه با  $n_1$  (مرحله با  $j$  نشان داده می شود)، تعداد دومین نمونه های فرعی با  $n_2$  (مرحله با  $ij$  نشان داده می شود)، تعداد آنالیز اندازه از هر نمونه فرعی با  $n_3$  نشان داده می شود (مرحله با  $ijk$  نشان داده می شود). با استفاده از این علائم، مجموع مربع اندازه گیری ها به صورت زیر محاسبه می شود:

[الف ۱]

$$\sum_{ijk} (x_{ijk} - x_{\dots})^2 = \sum_{ijk} (x_{ijk} - x_{ij\bullet})^2 + n_3 \sum_{ij} (x_{ij\bullet} - x_{i\bullet\bullet})^2 + n_2 n_3 \sum_i (x_{i\bullet\bullet} - x_{\dots})^2$$

و یا به صورت خلاصه به صورت زیر محاسبه می شود:

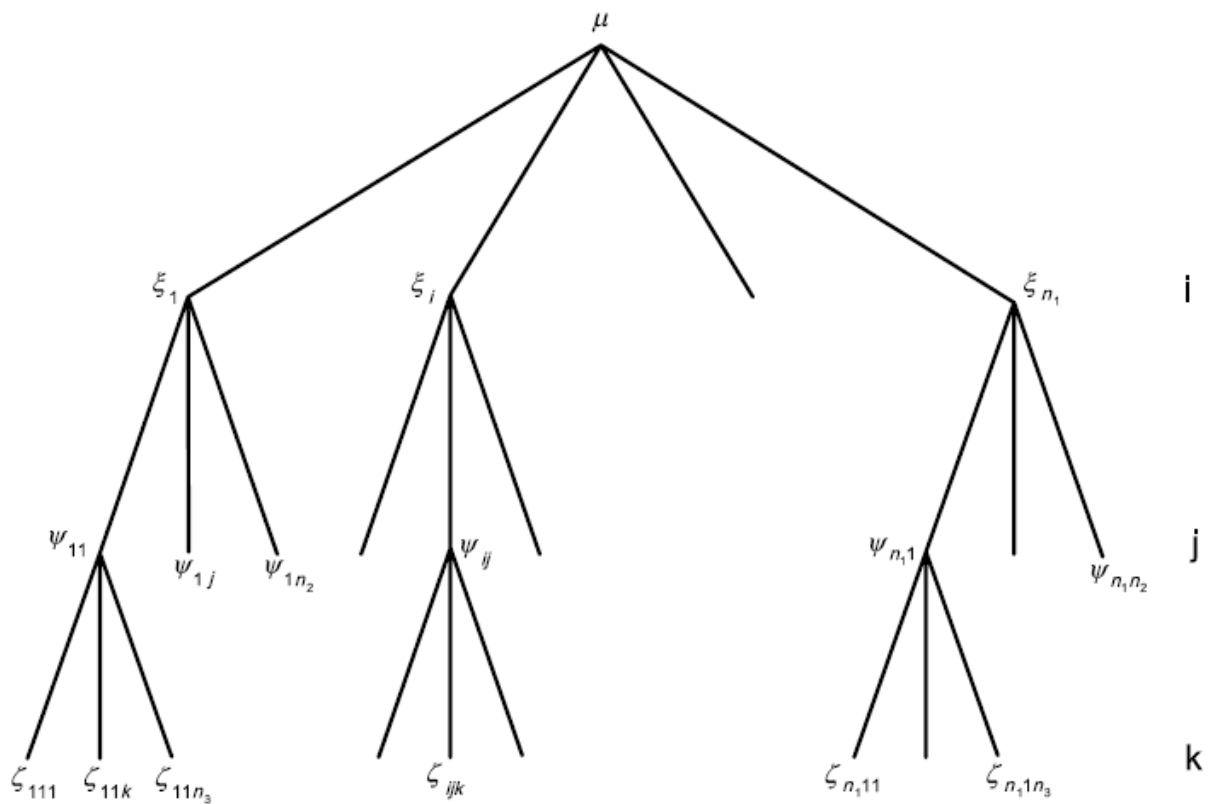
[الف ۲]

$$\sum_{ijk} (x_{ijk} - x_{\dots})^2 = s_0 + s_1 + s_2$$

مجموع مربعات بیان گر تخمین تغییرات در مراحل مختلف سلسله مراتب خطا مطابق با جدول الف ۱ ، می باشد.

جدول الف ۱- ارائه تخمین مجموع مربعات

جمع مربعات	تعداد درجات آزادی	تخمین
$s_0 = \sum_{ijk} (x_{ijk} - x_{ij\bullet})^2$	$n_1 n_2 (n_3 - 1)$	$n_1 n_2 (n_3 - 1) \sigma_0^2$
$s_1 = n_3 \sum_{ij} (x_{ij\bullet} - x_{i\bullet\bullet})^2$	$n_1 (n_2 - 1)$	$n_1 (n_2 - 1) (n_3 \sigma_1^2 + \sigma_0^2)$
$s_2 = n_2 n_3 \sum_i (x_{i\bullet\bullet} - x_{\bullet\bullet\bullet})^2$	$(n_1 - 1)$	$n_1 (n_2 - 1) (n_3 \sigma_1^2 + \sigma_0^2)$



شکل الف ۱- خطای های مراحل مختلف نمونه برداری (برای آگاهی از معنای علائم، بند الف ۲ را ببینید)

با استفاده از جدول الف ۱ می توان به معادله های قابل استفاده برای آزمون آماری معنی دار بودن واریانس های مراحل مختلف آماده سازی و تقسیم نمونه، دست یافت.

بافرض آماری  $1 = 0$  معادله آزمون به صورت زیر می باشد:

[الف- ۳]

$$\frac{s_1 / [n_1(n_2 - 1)]}{s_0 / [n_1 n_2 (n_3 - 1)]} = F_{\phi_1, \phi_2} = F_{[n_1(n_2-1)][n_1 n_2 (n_3-1)]}$$

که  $F_{r_1, r_2}$  مقدار توزیع استاندارد F و با درجه آزادی  $r_1$  و  $r_2$  می باشد.

در وضعیت مشابه تابع آزمون می تواند برای فرض آماری  $1 = 0$  و  $2 = 0$  فرموله شود، اگر این فرض مورد قبول نباشد، سپس:

$$\frac{s_2 / (n_1 - 1)}{s_1 / [n_1(n_2 - 1)]} = F_{\phi_1, \phi_2} = F_{(n_1-1), [n_1(n_2-1)]}$$

[الف- ۴]

با قبول فرض های آماری  $1 = 0$  و  $2 = 0$  ، معادله آزمون الف ۳ به صورت زیر می باشد.

$$\frac{s_2 / (n_1 - 1)}{(s_0 + s_1) / [n_1(n_2 n_3 - 1)]} = F_{\phi_1, \phi_2} = F_{(n_1-1), [n_1(n_2 n_3-1)]}$$

[الف- ۵]

اگر فرض معادله ها الف ۳ مورد پذیرش باشد، معادله اخیر باید مورد استفاده قرار گیرد. اگر هیچ یک از فرض های  $1 = 0$  و  $2 = 0$  را نتوان پذیرفت، پس تخمین واریانس تیمار های مختلف نمونه می تواند با حل معادلات جدول الف - ۱، ارزیابی شود. اگر تخمین ها معنی دار نباشند، از تخمین واریانس نیز باید خود داری نمود.

### الف- ۳ توالی جزئی

در حالت توالی جزئی، تنها تعدادی از آزمون های فرعی انتخابی مورد تیمار قرار می گیرند. شماره تقسیمات نمونه های برای مرحله  $i$  با  $K_i$  شماره آزمون فرعی گرفته شده برای مرحله  $i$  را به صورت  $n_i$  نشان می دهند.



مقدار میانگین  $\bar{x}$  متغیر تصادفی  $X$  به صورت زیر محاسبه می شود ( شکل الف - ۲ را ببینید):

$$\bar{x} = \frac{1}{n_1 n_2 n_3} \sum_{i=1}^{n_1} \sum_{j=1}^{n_2} \sum_{k=1}^{n_3} x_{ijk} \quad \text{[ الف - ۶ ]}$$

تخمین واریانس مراحل به صورت زیر می باشد :

$$s_3^2 = \frac{1}{n_1 n_2 (n_3 - 1)} \sum_{i=1}^{n_1} \sum_{j=1}^{n_2} \sum_{k=1}^{n_3} (x_{ijk} - x_{ij})^2 \quad \text{[ الف - ۷ ]}$$

$$s_2^2 = \frac{1}{n_1 (n_2 - 1)} \sum_{i=1}^{n_1} \sum_{j=1}^{n_2} (x_{ij} - x_i)^2 - \frac{s_3^2}{n_3} \quad \text{[ الف - ۸ ]}$$

و

$$s_1^2 = \frac{1}{(n_1 - 1)} \sum_{i=1}^{n_1} (x_i - \bar{x})^2 - \frac{s_2^2}{n_2} - \frac{s_3^2}{n_2 n_3} \quad \text{[ الف - ۹ ]}$$

در این معادله ها خواهیم داشت :

$$x_{ij} = \frac{1}{n_3} \sum_{k=1}^{n_3} x_{ijk} \quad \text{[ الف - ۱۰ ]}$$

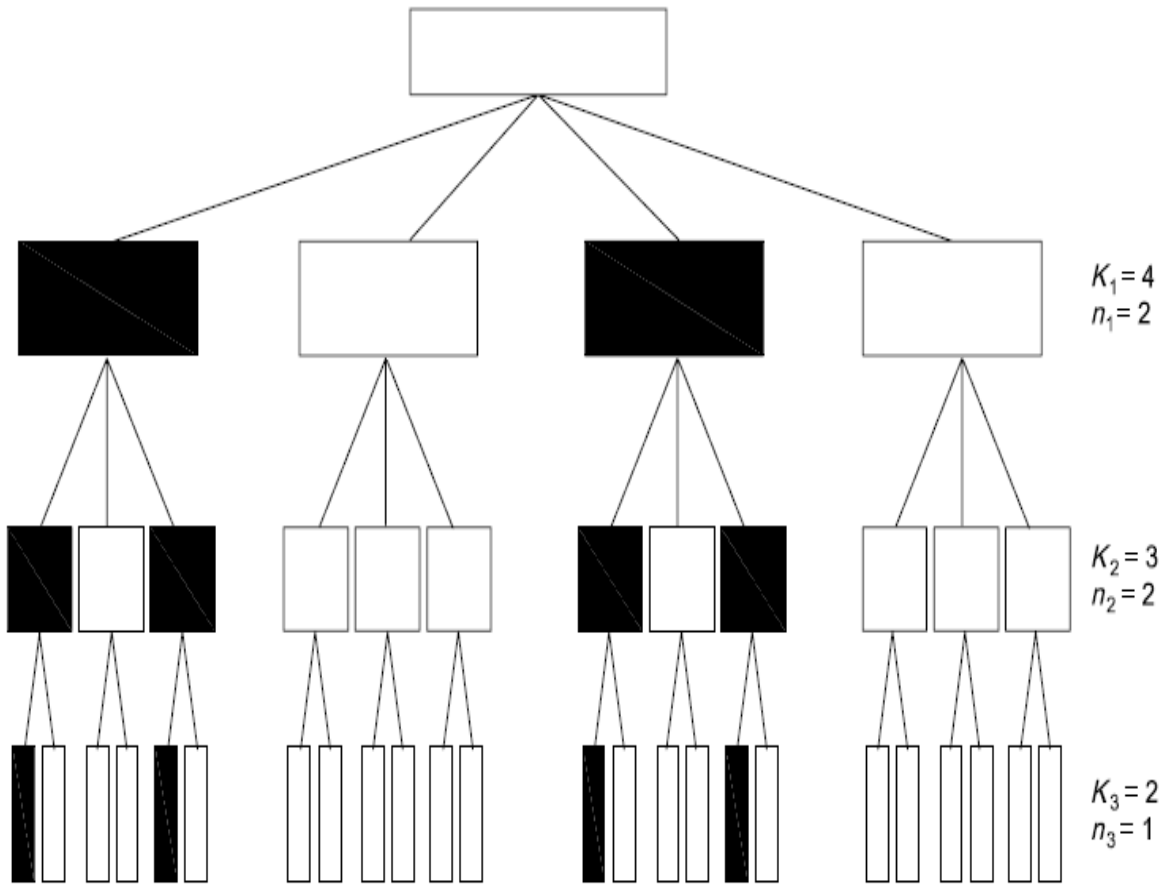
و

$$x_i = \frac{1}{n_2} \sum_{j=1}^{n_2} x_{ij} \quad \text{[ الف - ۱۱ ]}$$

واریانس نمونه برداری ترتیبی واقعی عبارت است از :

$$\sigma_{po}^2 = \frac{K_1 - n_1}{K_1 - 1} \frac{s_1^2}{n_1} + \frac{1}{n_1} \frac{K_2 - n_2}{K_2 - 1} \frac{s_2^2}{n_2} + \frac{1}{n_1 n_2} \frac{K_3 - n_3}{K_3 - 1} \frac{s_3^2}{n_3} \quad \text{[ الف - ۱۲ ]}$$

معادله های آزمون مشابه با محاسبات ترتیبی کامل است.



شکل الف ۲- توالی نمونه برداری جزئی، برای مثال در سه مرحله ارائه شده است

## پیوست ب

### (اطلاعاتی)

#### تخمین خطاهای نمونه برداری و حداقل جرم نمونه

##### ب - ۱ کلیات

این پیوست، مثال هایی از چگونگی تخمین خطاهای نمونه برداری و حداقل جرم نمونه مورد نیاز برای دقتی مشخص را ارائه می کند. معمولاً مجموع خطای نمونه برداری شامل دو بخش خطای پایه ای ( FE ) ناشی از طبیعت دانه ای ماده و خطای افتراق ناشی از افتراق در ماده، می باشد. در بند ب - ۲ این پیوست، در نمودار لگاریتمی نرمال توزیع اندازه ای ذرات، جرم نمونه مورد نیاز با ۳ درصد خطای پایه ای برای مقادیر ماده بزرگ تر از  $x_{۹۰,۳}$  نسبت به میانه اندازه ای ذرات و پهنای توزیع، نشان داده شده است.

بند ب - ۳ مثالی از محاسبه جرم نمونه مورد نیاز برای ۳ درصد خطای پایه ای، هنگامی که از دانه های شیشه ای نمونه برداری می شود را ارائه می دهد.

بند ب - ۴ تبدیل یک خطای پایه ای برای مقدار ذرات درشت تر، به خطای پایه ای اندازه مؤثره، مربوط به آن را نشان می دهد.

بند ب - ۵، مثالی از محاسبه خطای کل نمونه برداری از تعدادی اندازه گیری را نشان می دهد.

بند ب - ۶، روش تخمین حداقل میزان نمونه (افزونه) و حداقل تعداد نمونه / نمونه های افزونه ای مورد نیاز با دقت معلوم برای توزیع اندازه ای ذرات داده شده را خلاصه می کند. معادله ها و سوابق در متن اصلی این استاندارد و منابع [ ۱ ]، [ ۲ ]، [ ۳ ]، [ ۴ ]، [ ۵ ]، [ ۷ ]، ارائه شده است.

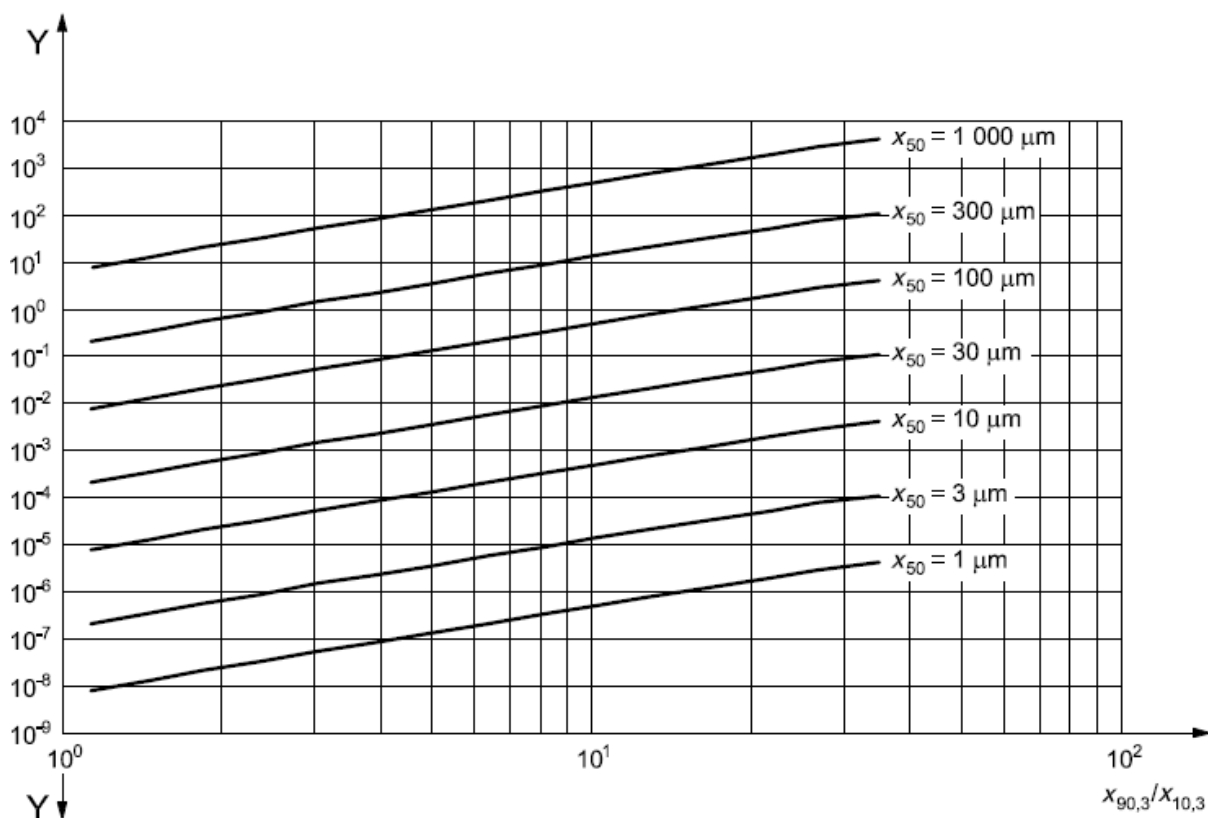
##### ب ۲ نمایش گرافیکی جرم نمونه مورد نیاز با خطای پایه ای ۳ درصد

شکل ب ۱ خطوط، توزیع اندازه ای با لگاریتم نرمال، جرم نمونه مورد نیاز برای رسیدن به خطای پایه ای ۳ درصد در میزان مواد بزرگ تر از  $x_{۹۰,۳}$  در ارتباط با اندازه میانه و پهنای توزیع را نشان می دهد. پهنای توزیع به صورت نسبت بین  $x_{۹۰,۳}$  و  $x_{۱۰,۳}$  در نظر گرفته شده است و جرم واقعی مواد  $1000 \text{ kg/m}^3$

فرض می شود. شکل ب- ۱، امکان تشخیص سریع جرم مورد نیاز با خطای پایه ای ( FE ) ۳ درصد در مقادیر بالای  $x_{90,3}$  همراه با تخمینی مناسب از توزیع اندازه ذرات را فراهم می سازد.

شکل ب ۱ هم چنین بیان کننده افزایش قابل ملاحظه در جرم نمونه مورد نیاز با توجه به اندازه ذرات و / یا افزایش پهنای توزیع اندازه ای است .

در نواحی کوچک میکرومتری حداقل جرم نمونه تقریباً ۱ است و با اندازه ی ذرات در حد میلی متر، از ۰/۱ تا یک کیلوگرم می رسد. برای مواد با وزن مخصوص حقیقی بالاتر از  $1000 \text{ kg/m}^3$  ، جرم نمونه در نسبت وزن مخصوص مشخص تقسیم بر ۱۰۰۰، ضرب می گردد.



شکل ب ۱- نمایش گرافیکی جرم نمونه مورد نیاز با خطای پایه ای ۳ درصد

ب ۳ مثالی از محاسبه جرم نمونه مورد نیاز با خطای پایه ای ۳ درصد برای نمونه برداری از دانه های شیشه ای را نشان می دهد.

این مثال، روشی برای محاسبه جرم نمونه مورد نیاز با دقت معین برای خطای پایه ای، جهت یک مقدار ماده بزرگ تر از یک اندازه مشخص و هم چنین در یک توزیع اندازه ای را بیان می کند. این مثال، برای دقت

( ضریب تغییرات ) با خطای پایه ای ۳ درصد و  $x_{۹۰,۳}$  به عنوان اندازه مشخص، مورد استفاده قرار می گیرد و هم چنین برای مقادیر دیگر نیز ممکن است استفاده شود .

واریانس خطای اصلی و شماره ذرات  $n$  مرتبط با توزیع آماری پواسون به عنوان فرض در نظر گرفته می شود ( به معادله ۲ مراجعه کنید).

$$\text{Var}(n_0) = \sigma(n_0)^2 = n_0 \quad \text{[ب ۱]}$$

$$\sigma(n_0) = \sqrt{n_0} \quad \text{[ب ۲]}$$

$$\text{CV}(n_0) = [100\sqrt{n_0}]/n_0 \% \quad \text{[ب ۳]}$$

$$\text{CV}(n_0) = 100/\sqrt{n_0} \% \quad \text{[ب ۴]}$$

بنابراین، برای دقت ۳ درصد و تعداد ذرات بزرگ تر از  $x_{۹۰,۳}$  ،  $n_0 = 111$  نیاز است. روش محاسبه خطای اصلی در جدول ب ۱ ارائه شده است. وزن مخصوص حقیقی دانه ها  $2600 \text{ kg/m}^3$  در نظر گرفته می شود. آنالیز اولیه PSD دانه های شیشه ای در ستون D,B,A جدول نشان داده شده است ستون های B و D نسبت به ۱۰۰ درصد نرمال شده اند.

جدول ب ۱- محاسبات توزیع اندازه ذرات

J	I	H	G	F	E	D	C	B	A	
جرم اگر FE ( ) x90,3) 3	تعداد اگر FE ( ) x90,3) 3	$Q_0$ درصد تعداد	$dQ_0$ درصد تعداد	$n_i$ تعداد در کلاس اندازه ای $\bar{x}$ در ۱۰۰ گرم نمونه	$\langle M_i \rangle$	$dQ_3$ درصد جرمی	$\langle x \rangle$ $\mu\text{m}$	$Q_3$ درصد جرمی	x $\mu\text{m}$	
$3/11 \times 10^{-4}$	$3/89 \times 10^{-4}$	۰/۰	۱۷/۷	$2/75 \times 10^{-7}$	$8/01 \times 10^{-8}$	۲/۲	۳۸/۹	۰/۰	۳۶	۱
$3/82 \times 10^{-4}$	$3/10 \times 10^{-4}$	۱۷/۷	۱۴/۱	$2/19 \times 10^{-7}$	$1/23 \times 10^{-7}$	۲/۷	۴۴/۹	۲/۲	۴۲	۲
$8/49 \times 10^{-4}$	$4/36 \times 10^{-4}$	۳۱/۸	۱۹/۸	$3/08 \times 10^{-7}$	$1/95 \times 10^{-7}$	۶/۰	۵۲/۳	۴/۹	۴۸	۳
$1/27 \times 10^{-4}$	$3/79 \times 10^{-4}$	۵۱/۶	۱۷/۳	$2/68 \times 10^{-7}$	$3/36 \times 10^{-7}$	۹/۰	۶۲/۷	۱۰/۹	۵۷	۴
$1/25 \times 10^{-4}$	$2/19 \times 10^{-4}$	۶۸/۹	۹/۹	$1/54 \times 10^{-7}$	$5/70 \times 10^{-7}$	۸/۸	۷۴/۸	۱۹/۹	۶۹	۵
$1/73 \times 10^{-4}$	$1/85 \times 10^{-4}$	۷۸/۸	۸/۴	$1/31 \times 10^{-7}$	$9/34 \times 10^{-7}$	۱۲/۲	۸۸/۲	۲۸/۷	۸۱	۶
$2/07 \times 10^{-4}$	$1/33 \times 10^{-4}$	۸۷/۳	۶/۰	$9/37 \times 10^{-7}$	$1/56 \times 10^{-6}$	۱۴/۶	۱۰۴/۶	۴۰/۹	۹۶	۷
$2/12 \times 10^{-4}$	$8/17 \times 10^{-3}$	۹۳/۳	۳/۷	$5/77 \times 10^{-6}$	$2/60 \times 10^{-6}$	۱۵/۰	۱۲۴/۱	۵۵/۵	۱۱۴	۸
$1/74 \times 10^{-4}$	$4/06 \times 10^{-3}$	۹۷/۰	۱/۹	$2/87 \times 10^{-6}$	$4/28 \times 10^{-6}$	۱۲/۳	۱۴۶/۵	۷۰/۵	۱۳۵	۹
$1/02 \times 10^{-4}$	$1/50 \times 10^{-3}$	۹۸/۸	۰/۷	$1/06 \times 10^{-6}$	$6/81 \times 10^{-6}$	۷/۲	۱۷۱/۱	۸۲/۸	۱۵۹	۱۰
$3/25 \times 10^{-4}$	$3/60 \times 10^{-2}$	۹۹/۵	۰/۲	$2/54 \times 10^{-5}$	$9/04 \times 10^{-6}$	۲/۳	۱۸۸/۰	۹۰	۱۸۴	۱۱
$7/07 \times 10^{-4}$	$5/67 \times 10^{-2}$	۹۹/۷	۰/۳	$4/01 \times 10^{-5}$	$1/25 \times 10^{-5}$	۵/۰	۲۰۹/۲	۹۲/۳	۱۹۲	۱۲
$3/82 \times 10^{-4}$	$1/84 \times 10^{-2}$	۹۹/۹	۰/۱	$1/30 \times 10^{-5}$	$2/08 \times 10^{-5}$	۲/۷	۲۴۸/۱	۹۷/۳	۲۲۸	۱۳
		۱۰۰						۱۰۰	۲۷۰	۱۴
$1/41 \times 10^{-3}$	$2/20 \times 10^{-5}$		۱۰۰/۰	$1/55 \times 10^{-8}$		۱۰۰				۱۵
$1/41 \times 10^{-4}$	۱۱۱۱	۰/۵		$7/86 \times 10^{-5}$		۱۰/۰				۱۶

یادآوری ۱- مقادیر گرد شده در جدول شامل ستون های E,C تا z با استفاده از صفحه گسترده اکسل محاسبه شده اند. در

نتیجه مقادیر مستقیماً برآورد شده از ستون های A ، B و D ، ممکن است انحرافات کمی را نشان دهند.

ستون های A ,B ,D نتایج آنالیز اولیه و مقدماتی را ارائه می دهند . مجموع  $dQ_3$  به ۱۰۰ درصد نرمال

می شود. صدک نودم به مجموعه داده ها اضافه می شود. اندازه ذرات متناظر ( خانه A11 ) از طریق درون یا

بی خطی از اندازه مجاور و مقادیر صدک مورد نظر ، محاسبه می شود.

$$A11 = A10 + (90 - B10) \times (A12 - A10) / (B12 - B10)$$

[ب ۵]

بنابر این، یک کلاس اندازه ای بزرگ (ساختگی) به جدول افزوده شده است، ستون B نتایج تجمعی درصد جرمی مورد نیاز را نشان می دهد، این در حالی است که ستون D مقادیر متفاوتی را ارائه می دهد. ستون C اندازه میانگین هندسی ذرات محاسبه شده برای هر کلاس اندازه ای را نشان می دهد (ریشه دوم حاصل ضرب حدود کلاس اندازه ای).

یادآوری ۴ فرض اندازه متوسط هندسی به منظور محاسبات بیشتر در زمینه این که تمام ذرات در کلاس اندازه ای دارای قطر مشابه است، وجود دارد. در این مورد، در زمانی که کلاس ها دارای مقیاس خطی است، اندازه متوسط حسابی دارای نمود بهتری است.

در ستون E جرم متوسط بر ذره در هر کلاس از طریق فرمول  $\langle x \rangle = 3$  با فرض کروی بودن آن ها محاسبه شده است.

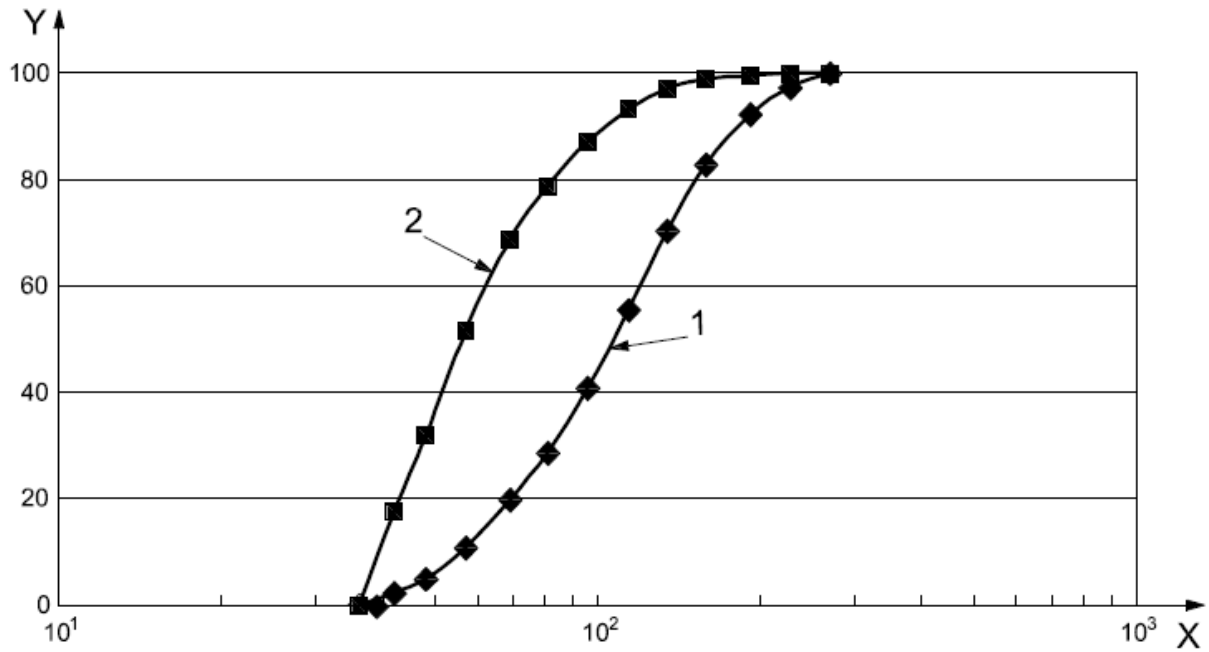
ستون F تعداد ذرات در هر کلاس اندازه ای در ۱۰۰ گرم نمونه می باشد. برای

$$F1 = (D1)/(100E1) \quad \text{مثال :}$$

[ب ۶]

تعداد کل ذرات را در ۱۰۰ گرم نمونه در خانه F۱۵ نشان داده شده است. جمع مقادیر ستون های F۱ تا F۱۳ امکان نرمال کردن توزیع تجمعی و تفاضلی توزیع اندازه ای بر پایه تعداد را می دهد، که در ستون های G و H آورده شده است. مقدار F۱۶ برابر با جمع (F۱۱, F۱۲, F۱۳) است که این معادل تعداد کل ذرات بزرگ تر از  $x_{۰.۳}$  در ۱۰۰ گرم نمونه می باشد. این برای نرمال کردن I ۱۶ تا I ۱۱۱ مورد استفاده قرار می گیرد.

توزیع اندازه ای ذرات هم بر پایه تعداد و هم بر پایه جرم در شکل ب ۲، ارائه شده است. اختلاف زیاد بین دو توزیع را یادداشت کنید.



راهنما:

اندازه ذره (به میکرومتر)

Y توزیع تجمعی اندازه ذرات %

1 پایه جرمی

2 پایه تعداد

شکل ب ۲ - نمودار نتایج اولیه توزیع اندازه برای دانه های شیشه ای

یاد آوری ۳- ستون H نشان می دهد کسر تعداد  $Q_0(x_i)$  کوچک تر از  $x_{۰.۳}$  برابر با  $x_{۰.۹۹۵}$  (H11) است، در حالی که، کسر تعداد بزرگ تر از  $[1 - Q_0(x_i)]$  برابر با  $x_{۰.۰۵}$  است. آمار دو جمله ای می تواند برای مشخص کردن احتمال محاسبه واریانس و انحراف معیار  $Q_0(x_i)$  مورد استفاده قرار گیرد (به معادله مراجعه کنید)

$$\text{Var}[Q_0(x_i)] = Q_0(x_i) \times [1 - Q_0(x_i)]/n \quad \text{[ب ۷]}$$

و

$$\sigma[Q_0(x_i)] = \{Q_0(x_i) \times [1 - Q_0(x_i)]/n\}^{0.5} \quad \text{[ب ۸]}$$



برای تعداد کل ذرات n داده شده در I، نتایج  $x_i = 184 \mu\text{m}$  در  $Q_0(184, 184 \mu\text{m}) = 0/00015$  این CV، کسر تعداد  $[1 - Q_0(x_i)] = 0/005$  را می دهد.

$$CV = 0/00015 \times 100 / 0/005 = 3 \%$$

روشن است که، با استفاده از توزیع آماری پویسون، CV در نقطه شروع معادل ۳ درصد است. ستون ۱ تعداد برآوردی ذرات بر کلاس اندازه ای بزرگ تر از  $x_{9.3}$  را در صورتی که تعداد کل آن ها برابر با ۱۱۱ باشد ارائه، می دهد. تعداد ذرات در ۱۱ از  $I_{11} = (111 \times F_{11}) / (F_{16})$  محاسبه می شود. تعداد ذرات در ۱۱۲ و ۱۱۳ به صورت مشابه محاسبه می گردد. نرمال کردن با  $F_{16}$  جهت اطمینان از ۱۶ ورد استفاده قرار می گیرد.

$$I_{16} = \text{SUM}(I_{11}, I_{12}, I_{13}) = 111$$

ستون J جرم ذرات در هر کلاس اندازه ای را نشان می دهد، که از ضرب تعداد ذرات در ستون ۱ و جرم مربوطه (ستون E) به دست می آید. خانه ۱۶ جرم کل ۱۱۱ ذرات با فرض بزرگ تر از  $x_{9.3}$  را نشان می دهد. جرم کل در خانه ۱۵ آورده شده است. مقدار خانه ۱۵ را می توان هم چنین از ضرب جرم کل ذرات بزرگ تر از  $x_{9.3}$  داده شده در خانه ۱۶، در ۱۰ بر آورد نمود، زیرا جرم کل نمونه طبق تعریف ۱۰ برابر جرم  $x_{9.3}$  است. این نشان می دهد، که جرم کل نمونه برای خطای پایه ای (ضریب تغییرات CV) ۳ درصد و میزان مواد بزرگ تر از خصوصیات ثابت اندازه  $x$ ، برابر با  $0/141 \text{g} = 10^{-4} \times 1/41 \text{ یا } 141 \text{ mg}$  می گردد.

**یادآوری ۴** – همان طوری که در بالا نوشته شد، تمام ذرات در یک کلاس اندازه ای با اندازه یک سان فرض می شوند. هم چنین از درون یابی خطی برای تقسیم کلاس اندازه ای  $F_{11}$ ،  $F_{12}$  با تعداد کوچک تر از  $x_{9.3}$  و  $F_{11}$  و تعداد بزرگ تر از  $x_{9.3}$  ( $F_{12}$ )، استفاده می شود. این دارای انحراف کمی است. این انحراف به طور معنی داری نیست که در پیش بینی مطمئن حداقل نمونه مورد نیاز با دقت مورد نظر FE موثر باشد.

**یادآوری ۵** روش محاسبه داده های در شکل ب ۱ تابعی از روش پایه ای یک سان است، که برای جدول ب ۱ مورد استفاده قرار گرفته است، به استثنای توزیع لگاریتم نرمال اندازه میانه و پهنای توزیع که برای کانال های با اندازه بزرگ تر از ۹۹ محاسبه می شوند.

هشدار- جرم حداقل محاسبه شده نمونه، نیازمند تخمین مناسبی از پهنای توزیع اندازه ای ذرات است. اگر اندازه گیری های اولیه به طور معنی داری از جرم نمونه کم تر باشد، در نتیجه اندازه گیری جدید باید بر اساس حداقل جرم مورد نیاز انجام گیرد.

ب ۴ تبدیل خطای پایه ای ناشی از میزان مواد درشت تر به خطای پایه ای مواد با اندازه موثر

اغلب در نظر گرفتن دقت برای موادی که در بالا با خصوصیت اندازه موثر بیان می شوند، نسبت به تعیین دقت برای مواد با اندازه واقعی درست به نظر نمی رسد. خطای پایه ای متناظر اندازه موثره  $x$  از تقسیم میزان انحراف معیار محاسبه شده در بالا بر شیب منحنی توزیع تجمعی اندازه ای در نقطه توزیع، به دست می آید (به معادله ۶ مراجعه کنید). شیب منحنی توزیع تجمعی اندازه ای در  $x$  با درون یا بی خطی مجدداً قابل محاسبه است. شیب در نقطه  $x$ :

$$x_{90,3} = (B12 - B10)/(A12 - A10) = 0,29/\mu\text{m} \quad [۹]$$

یک خطای پایه ای ۳ درصد برای مقادیر بزرگ تر از  $x$  که معادل ۱۰٪ جرم و انحراف معیاری  $Q_3$  در  $184 \mu\text{m}$  بوده به صورت زیر می باشد:

$$\sigma[Q_3(184 \mu\text{m})] = 3 \times 10/100 = 0,30 \quad [۱۰]$$

و برای انحراف معیار متناظر و ضریب تغییرات CV در اندازه موثره  $184 \mu\text{m}$ ،  $x$  عبارت است از (به معادله های ۶ و ۷ مراجعه کنید):

$$\sigma(x_{90,3}) = 0,30/(0,29 \mu\text{m}^{-1}) = 1,04 \mu\text{m} \quad [۱۱]$$

و

$$CV(x_{90,3}) = FE(\text{size}) = 0,57 \% \quad [۱۲]$$

بنابراین، در این حالت خطای پایه ای (اندازه ای) ۰/۵۷ درصدی برابر با خطای پایه ای سه درصدی (میزان) در نقطه  $184 \mu\text{m}$ ،  $x$  است.

ب ۵ تخمین تجربی مجموع خطای نمونه برداری<sup>۱</sup>

محاسبه خطای کل نمونه گیری ممکن است با استفاده از یک بسته یک کیلوگرمی دانه های شیشه ای با یک درجه از افتراق، انجام می گیرد. به علاوه جرم حجمی حقیقی دانه ها  $2600 \text{ kg/m}^3$ ، در نظر گرفته می شود. پنج نمونه مجزا به میزان  $500 \text{ mg}$  از نقاط مختلف بسته دانه های شیشه ای برای انجام آزمون، جمع آوری می شود. برای این مقدار از نمونه، تعداد ذرات بزرگ تر از اندازه موثر و خطای پایه ای آن ها مطابق بند ب ۴، محاسبه می شود ( $FE_{\text{calc}}$ ). شماره های ذرات  $x$ ،  $70060 > x$ ،  $238 > x_{90,3}$ ؛  $1572 > x$ ،  $481 > x$ ،  $3$ ، باید توجه داشت که، کاهش ناگهانی در تعداد ذرات بزرگ تر از اندازه های نشان داده شده توام با افزایش اندازه مشخصه اظهاری است.

مقادیر متناظر خطای پایه ای محاسبه شده ( $FE_{\text{calc}}$ ) در ردیف ۱۰ جدول ب ۲، ارائه شده است. روش آنالیز انتخاب شده دقت مناسب را برای این نمونه ها تضمین می کند. به طور مثال ضریب تغییرات برای  $x$ ،  $-x$ ، بهتر از ۱ درصد و برای  $x$ ،  $-x$ ، بهتر از ۲ درصد می باشد. نتایج آنالیز در جدول ب ۲ داده شده است. (ردیف های ۲ تا ۶) میانگین مقادیر نتایج اندازه گیری شده با معادله (۸) و انحراف استاندارد ( $SDs$ ) با معادله (۹)، محاسبه می شود. ضریب تغییرات ( $CVs$ ) با ضریب  $SDs$  در ۱۰۰ و تقسیم آن بر میانگین مقادیر به دست می آید (به معادله ۷ مراجعه کنید) مقادیر  $SD$  و  $CV$  میانگین از تقسیم  $SD$  و  $CV$  بر  $\sqrt{N}$  (ریشه دوم تعداد ذرات اندازه گیری شده) به دست می آید.

جدول ب ۴ نتایج آنالیز ۵۰۰ میلی گرم نمونه های مستقل دانه های شیشه ای

$X_{90,3} / X_{10,3}$	$X_{98,3}$ $\mu\text{m}$	$X_{95,3}$ $\mu\text{m}$	$X_{90,3}$ $\mu\text{m}$	$X_{50,3}$ $\mu\text{m}$	$X_{10,3}$ $\mu\text{m}$		۱
۳/۴۰	۲۳۲/۲	۲۰۸/۸	۱۸۲/۵	۱۰۴/۵	۵۳/۷		۲
۳/۲۴	۲۲۶/۱	۲۰۳/۶	۱۷۸/۷	۱۰۶/۶	۵۵/۲		۳
۳/۱۸	۲۳۱/۷	۲۰۸/۹	۱۷۹/۹	۱۰۹/۱	۵۶/۵		۴
۳/۲۴	۲۴۵/۶	۲۱۵/۶	۱۸۶/۳	۱۱۱/۱	۵۷/۵		۵
۳/۵۱	۲۵۱/۳	۲۲۰/۸	۱۹۰/۳	۱۰۶/۱	۵۴/۲		۶
۳/۳۱	۲۳۷/۴	۲۱۱/۵	۱۸۳/۵	۱۰۷/۵	۵۵/۴	میانگین	۷
۰/۱۴	۱۰/۶	۶/۷	۴/۷	۲/۶	۱/۶	SD(pop), $\mu\text{m}$	۸
۴/۱	۴/۵	۳/۲	۲/۶	۲/۴	۲/۹	CV(pop), %	۹
	۰/۵۹	۰/۴۳	۰/۲۹	۰/۲۲		FE <sub>calc</sub> , %	۱۰
۰/۰۶	۴/۷	۳/۰	۲/۱	۱/۲	۰/۷۱	SD(mean), $\mu\text{m}$	۱۱
۱/۸	۲/۰	۱/۴	۱/۲	۱/۱	۱/۳	CV(mean), %	۱۲

مقایسه ردیف های ۹ و ۱۰ در جدول ب ۲ نشان می دهد که، دقت کل نمونه برداری ( با انحراف معیارها و ضرایب تغییرات جامعه بیان می شود) منتج از تخمین پنج اندازه گیری خیلی بیشتر از خطای پایه ای محاسبه شده است. این نتایج نشان می دهد که، بسته مواد تا حدی دارای افتراق بوده و / یا روش نمونه برداری مطلوبیت کمی داشته است.

ب ۶ دستوالعمل برای بیان دقت با حداقل جرم و تعداد نمونه یا نمونه های افزونه ای

دستوالعمل برای بیان سطح دقت مقدار یک مشخصه توزیع اندازه ای ذرات به حداقل مقدار نمونه و / یا به حداقل تعداد آن یا نمونه های افزونه ای به شرح زیر می تواند خلاصه شود :

۱ مقدار مشخصه توزیع اندازه ای ذرات که برای تامین کیفیت تولید ثابت شده و یا قابل انتظار است را بیان نمائید.

۲ شرح اولیه ای از دقت این مقدار را بدهید .

۳ اندازه گیری اولیه توزیع اندازه ذرات را انجام داده و نتایج را در یک صفحه گسترده قرار دهید (طبق بند ب ۳). در صورت نیاز با استفاده از صفحه گسترده توزیع بر پایه حجم ذرات را به توزیع بر پایه تعداد تبدیل کنید ( طبق بند ب ۳ ) .

۴ امکان مفید بودن شکل ب ۱ را برای تخمین حداقل حجم نمونه برای خطای پایه ای اظهار شده، بررسی کنید.

۵ برای درون یابی مقدار مشخصه اظهاری از داده های اندازه گیری شده، به همراه تعداد ذرات خارج از اندازه، مرتبط با خطای پایه ای اظهار شده ، از صفحه گسترده استفاده کنید.

۶ در صورت نیاز، دقت اظهار شده برای مشخصه های اندازه اظهاری را به دقت کمی متناظر بر پایه تعداد ذرات، تبدیل کنید.

۷ حداقل میزان نمونه را با توجه به دقت اظهار شده، محاسبه کنید.

۸ اگر این میزان به طور معنی داری بزرگ تر از میزان اندازه گیری اولیه در مرحله ۳ باشد، پس حداقل یک اندازه گیری را با میزان نمونه محاسبه شده جدید، انجام دهید. و مرحله های ۴ تا ۷ را تکرار کنید.

۹ اندازه گیری نمونه های مختلف که از نقاط یا در زمان های متفاوت از یک بهر تهیه شده اند را انجام دهید و دقت مقدار مشخصه اظهار شده را با استفاده از مقدار مشابه نمونه که کم تر از مقدار محاسبه شده نباشد، محاسبه نمائید.

۱۰ علت اهمیت نقش افتراق را در دقت کل نمونه برداری، بررسی کنید ( طبق بند ب ۵). در صورت لزوم روش نمونه برداری را اصلاح نموده و آن را از مرحله ۱۰ دوباره انجام دهید.

۱۱ تعداد نمونه ها یا آزمون های مورد نیاز برای رسیدن به دقت اظهاری برای مقدار مشخصه اظهاری تعریف کنید.

۴۲- برای مقدار مشخصه اظهاری اندازه گیری شده، حد اطمینان مربوط را محاسبه کنید.

۴۳- در صورت نیاز، از نقطه نظر هزینه و در صورت امکان از نقطه نظر کیفیت، دقت تعیین شده در مرحله ۲ را مجددا بررسی نمائید و تعداد ذرات اندازه گیری شده در مرحله ۱۲ را دوباره تعریف کنید.

در دستورالعمل بالا فرض می شود که، پراکندگی نمونه و اندازه گیری، تاثیر کمی بر دقت دارند. اگر شبهه ای در این مورد باشد، آزمون های قطعی باید انجام شوند.

## کتابنامه

- [1] ALLEN, T., *Particle Size Measurement*, 1990, Chapman and Hall
- [2] GY, P., *Sampling for Analytical Purposes*, 1998, Wiley & Sons
- [3] MASUDA, H. and GOTOH, K., *Adv. Powder Technol.*, 10 (1999), pp. 159-173
- [4] MASUDA, H. and IINOYA, K., *J. Chem. Soc. Japan*, 4 (1971), pp. 60-66
- [5] PITARD, F.F., *Pierre Gy's Sampling Theory and Sampling Practice*, 1993, CRC Press
- [6] RHODES, M., *Introduction to Particle Technology*, 1998, Wiley & Sons
- [7] STANGE, K., *Chemie-Ing.-Techn.*, 26 (1954), pp. 331-337
- [8] SOMMER, K., *Sampling of Powders and Bulk Materials*, 1986, Springer Verlag
- [9] SOMMER, K., *Aufbereitungstechnik*, 2 (1981), pp. 96-105
- [10] WEDD, M., *Part. Part. Syst. Charact.*, 18 (2001), pp. 109-113
- [11] ISO 9001, *Quality management systems — Requirements*