



# 中华人民共和国国家标准化指导性技术文件

GB/Z 44306—2024

## 颗粒 质量一致性评价指南

Particle—Guidelines for evaluation on quality consistency

2024-08-23 发布

2025-03-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布



目 次

前言 ..... III

引言 ..... IV

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 1

4 原理 ..... 1

5 物理特性参数组合 ..... 2

    5.1 通则 ..... 2

    5.2 物理特性参数 ..... 2

    5.3 物理特性参数组合的表示 ..... 4

6 标准化转换 ..... 5

    6.1 通则 ..... 5

    6.2 线性归一化算法 ..... 5

7 计算和评价 ..... 6

    7.1 通则 ..... 6

    7.2 图形表示法 ..... 6

    7.3 数学计算法 ..... 6

8 评价报告 ..... 9

附录 A（资料性） 流化床一步制粒质量一致性评价示例 ..... 10

    A.1 概要 ..... 10

    A.2 计算和评价 ..... 10

    A.3 主成分分析 ..... 16

附录 B（资料性） 单壁碳纳米管粉体质量一致性评价示例 ..... 18

    B.1 概要 ..... 18

    B.2 计算和评价 ..... 18

参考文献 ..... 24







# 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国颗粒表征与分检及筛网标准化技术委员会(SAC/TC 168)提出并归口。

本文件起草单位：中国科学院过程工程研究所、河南长兴实业有限公司、浙江大学、中国计量大学、佛山市德方纳米科技有限公司、重庆大学、北京泰丰先行新能源科技有限公司、丹东百特仪器有限公司、济源市中特陶瓷材料有限公司、合肥鸿蒙标准技术研究院有限公司、上海理工大学、上海第二工业大学、国家纳米科学中心、北京市计量检测科学研究院、重庆科技大学、天津大学、清华大学。

本文件主要起草人：李兆军、瞿海斌、孙志昂、于明州、赵洁、郭力、卫国英、周兰、蒋耀、王远航、任献举、窦晓亮、董青云、邢五洲、沈建琪、许人良、田震、陈岚、赵晓宁、梁国弘、廖晓玲、徐文峰、江霞、何薇、骆广生、岳君容。



## 引 言

颗粒材料在国民经济的各个领域都起着重要的作用。作为原材料,颗粒质量的一致性会随着设计、制备与应用传递至产品,进而影响产品的质量;作为产品,整体性能取决于其中最差颗粒的性能,提高颗粒材料的质量一致性就可以避免出现这种短板效应。其中,颗粒的物理特性对于原材料或产品的性能至关重要。而描述颗粒物理特性的参数非常多,在实际应用中,多物理特性参数组合更能反映颗粒的一致性。颗粒的单项物理特性参数是否合格可以用相应的技术与分析仪器来测试和评价。各单项参数合格只是颗粒产品出厂和验收的基本条件之一,批次间或批次内颗粒材料间多参数组合的一致性越来越成为产品质量评价的重点。这方面的需求和应用也越来越广泛,例如中药药物制剂、电子信息颗粒材料、新能源用颗粒材料等领域。



# 颗粒 质量一致性评价指南

## 1 范围

本文件给出了颗粒材料物理特性一致性评价的原理、物理特性参数组合、标准化转换、计算和评价、评价报告。

本文件适用于批次间或批次内颗粒材料的多个连续数值型物理特性间的一致性评价。其他需要确定产品一致性的场景可参照使用。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 16418 颗粒系统术语

## 3 术语和定义

GB/T 16418 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**质量一致性** **quality consistency**

批次间或批次内样品的一组特性接近的程度。

注:特性向量化后,向量方向和数值上一致的程度。

### 3.2

**物理特性参数** **physical characteristic parameter**

表征物理特性的量化值。

### 3.3

**欧氏距离** **Euclidean distance**

$n$  维(实)欧几里得空间,由  $n$  个实数所作成的一切有序组的集  $\mathbf{R}^n$  中任意两点  $x(x_1, x_2, \dots, x_n)$  和  $y(y_1, y_2, \dots, y_n)$  之间的距离  $\sqrt{(x_1 - y_1)^2 + (x_2 - y_2)^2 + \dots + (x_n - y_n)^2}$ 。

### 3.4

**余弦相似度** **cosine similarity**

通过计算两个向量夹角的余弦值评估的向量相似度。

注 1:余弦值的范围在  $[-1, 1]$  之间,值越趋近于 1,代表两个向量的方向越接近;值越趋近于 -1,方向越相反;值接近于 0,表示两个向量近乎于正交。

注 2:本文件中仅用到余弦相似度的非负值。

## 4 原理

4.1 颗粒材料可根据其特性构建一个物理特性参数组合(见表 1)。单个特性可由一个或若干个具体的

特性参数定量表示,如堆积特性可由松装密度、振实密度和压实密度等表示;粒度分布可由中位粒径与粒径分布宽度等参数表示。将样品的单项物理特性参数视为一个向量的独立分量,经过去量纲化或其他归一化方法对数据进行标准化转换处理后,可以用图形表示法或数学计算法评价样品间的质量一致性。向量方向和数值上越一致,质量一致性程度越高。

4.2 颗粒材料质量一致性评价分为有参照样品和无参照样品两种方式,可结合应用目的选择。无参照样品时,对颗粒材料样品间进行质量一致性评价。设置参照样品时,用待评价样品的参数与参照样品的参数进行比较和评价。参照样品可以是标准样品或指定样品。

4.3 颗粒材料质量一致性评价的前提是在合格产品中进行取样和测量。需注意先进行符合性检验,再在样品合格基础上进行质量一致性评价。

4.4 在同一次评价中,宜由同一操作员按相同的方法、使用相同的测试/测量设施、在短时间间隔内对同一测试/测量对象进行测试/测量。

- 注 1: 不同物理特性参数组合、不同质量一致性评价方法之间没有可比性。
- 注 2: 选择不同的评价方法、标准化转换处理方法、数学计算法的计算公式和加权系数,都会体现不同的评价意图。

5 物理特性参数组合

5.1 通则

评价颗粒材料的物理特性参数很多,宜确定并选取最典型和最影响产品质量的参数进行评价。参数之间相关性对计算结果会产生影响。参数越相关,样品间质量一致性评价的结果会越趋向一致,该评价方法的灵敏度越低。

- 注: 对各样品的特性参数测量值,可采用主成分分析法得到这组特性参数测量值的主成分得分图、主成分载荷图、不同特性参数对主成分的贡献率,以评价物理特性参数间的相关性、试算和选取关键物理特性参数,示例见附录 A 中 A.3。

5.2 物理特性参数

为便于进行一致性计算和评价,表 1 列出了常见的颗粒材料物理特性、物理特性参数及各参数的常用符号、常用单位和主要分析方法。在特定领域内,可增加其他的特性参数。表 1 中的物理特性分类仅供参考,可根据具体应用场合调整或重新进行物理特性分类。

表 1 常见颗粒材料物理特性和物理特性参数

序号	物理特性	物理特性参数	常用符号	常用单位	主要分析方法
1	外形	50% 累积分布粒径,即中位粒径	$D_{50}$	mm, $\mu\text{m}$	激光衍射法,电阻法,沉降法,动态光散射法,图像法,超声法
2		10% 累积分布粒径	$D_{10}$	mm, $\mu\text{m}$	
3		90% 累积分布粒径	$D_{90}$	mm, $\mu\text{m}$	
4		相对粒径分布宽度 <sup>a</sup>	$_{10}D_{90}$	—	
5		粒径分布宽度 <sup>b</sup>	$W_D$	mm, $\mu\text{m}$	
6		等效直径	$D$	mm, $\mu\text{m}$	图像法
7		球形度	$\Psi$	—	



表 1 常见颗粒材料物理特性和物理特性参数（续）

序号	物理特性	物理特性参数	常用符号	常用单位	主要分析方法
8	外形	光学球体度	$\Phi$	—	图像法
9		球形率	$S$	—	
10		Feret 直径	$D_F$	mm, $\mu\text{m}$	
11		圆形度	$C$	—	
12		圆润度	$R_n$	—	
13		粗糙度	$R_g$	—	
14		钝度	$W_V$	—	
15		矩形长宽比	$A_R$	—	
16		凸度	$C_v$	—	
17		不规则度	$IP$	—	
18	内部结构	孔径	$D$	mm, $\mu\text{m}$	气体吸附法, 压汞法, 气液孔径法, 液液孔径法, 核磁共振法, 空气渗透法
19		孔隙率	$P$	—	
20		比表面积	$S$	$\text{m}^2/\text{g}$	气体吸附法, 浸润热法, 空气渗透法, 低场核磁共振法
21	结晶	晶粒大小	$D_{50}$	nm, $\mu\text{m}$	激光衍射法, 图像法
22		结晶度	—	%	X 射线衍射法, 差热分析法, 红外光谱, 拉曼光谱法
23		晶体结构	—	—	X 射线衍射法, 透射电镜法
24		晶型	—	—	图像法
25		晶胞参数	—	nm	单晶衍射法
26	传热性	热传导率	$K$	$\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$	差热扫描量热法, 瞬态平面热源法, 激光闪光法
27	电特性	电阻率	$\rho$	$\Omega \cdot \text{m}$	四点探针法, 两点探针法, 表面电阻率法, 体积电阻率法, 传输线法
28		zeta 电位	$\zeta$	V	光学电泳迁移法, 电声法
29		介电常数	$\epsilon$	F/m	电容法, 微波法, 频率法, 阻抗法
30		相对介电系数	$\epsilon_r$	—	传输线法, 集中电路法, 谐振法
31	声学特性	衰减系数	$\alpha$	dB/cm, Np/cm	超声法
32	学特性	折射率	$N$	—	光学折射法
33		各向异性	$\Delta n$	—	瞬态电场双折射法
34	表面特性	接触角	$\theta$	(°)	固定滴注法, 液体渗透法
35		吸湿性	$A_{\text{wv}}$	—, $\text{mg}/\text{cm}^3$	称重法, 体积法, 核磁共振法

表 1 常见颗粒材料物理特性和物理特性参数（续）

序号	物理特性	物理特性参数	常用符号	常用单位	主要分析方法
36	磁性	磁化率	$\chi_v$	—	埃文斯天平法
37		相对磁导率	$\mu$	—	螺线管法/磁矩法
38		磁化强度	$M$	A/m	振动样品磁强计法
39		居里温度	$T_c$	℃	振动样品磁强计法
40		矫顽力	$H_c$	A/m	振动样品磁强计法
41		剩磁	$B_r$	T,Gs	振动样品磁强计法
42	机械特性	硬度	$H$	—	压头法,刮擦法,动态法
43		磨损度	$I_A$	—	转筒法,流化床法
44		抗压强度	—	N,N/mm <sup>2</sup> , N/mm	单颗粒法
45	堆积特性	松装密度	$\rho_a$	g/cm <sup>3</sup>	体积重量法
46		振实密度	$\rho_t$	g/cm <sup>3</sup>	体积重量法
47		骨架密度	$\rho_s$	g/cm <sup>3</sup>	气体置换法
48	透气性	渗透性	$K$	m <sup>2</sup>	空气渗透法
49	可压性	空隙率	$\epsilon$	—	体积法
50	流动性	休止角(安息角)	$\theta_r$	(°)	漏斗注入法
51		压缩度	$C_p$	—	体积重量法
52		抹刀角	$\theta_s$	(°)	平板上提
53		均齐度	$U_i$	—	激光衍射法,电阻法,沉降法,动态光散射法,图像法,超声法
54		凝集度	$C_h$	—	筛分法
55		Carr 流动性指数	$F_w$	—	查 Carr 流动性指数表
56		豪斯纳比	$H$	—	密度测量
57	稳定性	颗粒粒度变化速度	$\Delta D_M$	μm	多重光散射法
58		颗粒比表面积变化速度	$\Delta S$	m <sup>2</sup> /g	低场核磁共振法
注 1: “—”表示无内容。					
注 2: 不同细分领域物理特性参数的常用符号有少量重叠现象,在同一次评价里出现时加下标区分。					
a 相对粒径分布宽度的计算公式为 $(D_{90}-D_{10})/D_{50}$ 。					
b 粒径分布宽度的计算公式为 $(D_{90}-D_{10})$ 。					

### 5.3 物理特性参数组合的表示

需要评价  $m$  个样品、每个样品  $n$  个物理特性参数时, 第  $i$  个样品对应  $n$  个测量值  $x_{i1}, x_{i2}, \dots, x_{ij}, \dots, x_{in}$ 。将这  $n$  个测量值映射为一个向量  $\mathbf{X}_i$ , 即  $(x_{i1}, x_{i2}, \dots, x_{ij}, \dots, x_{in})$ , 定义为第  $i$  个样品的物理特性参数组合向量。 $m$  个样品对应  $m$  个物理特性参数组合向量  $\mathbf{X}_1, \mathbf{X}_2, \dots, \mathbf{X}_i, \dots, \mathbf{X}_m$ 。所有测量值构成的向量矩阵示意图见图 1。

样品序号	向量	物理特性参数序号					
		1	2	...	$j$	...	$n$
1	$\mathbf{X}_1$	$\begin{pmatrix} x_{11} & x_{12} & \cdots & x_{1j} & \cdots & x_{1n} \\ x_{21} & x_{22} & \cdots & x_{2j} & \cdots & x_{2n} \\ \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots \\ x_{i1} & x_{i2} & \cdots & x_{ij} & \cdots & x_{in} \\ \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots \\ x_{m1} & x_{m2} & \cdots & x_{mj} & \cdots & x_{mn} \end{pmatrix}$					
2	$\mathbf{X}_2$						
...	...						
$i$	$\mathbf{X}_i$						
...	...						
$m$	$\mathbf{X}_m$						

图 1 测量值构成的向量矩阵示意图

6 标准化转换

6.1 通则

由于各物理特性参数测量值的量纲不同,为了使不同物理特性参数的测量值具有可比性,宜先选用适合的转换方法对测量值进行去量纲和标准化,再进行比较和计算评估。有的一致性评价算法公式本身包含了转换,不需要先进行标准化转换,例如 7.3.2 的标准化欧氏距离法。

所有测量值标准化转换后构成的向量矩阵示意图见图 2,其中  $\mathbf{X}'_i$  为第 *i* 个样品的物理特性参数组合向量  $\mathbf{X}_i$  的转换值。

样品序号	向量	物理特性参数序号					
		1	2	...	$j$	...	$n$
1	$\mathbf{X}'_1$	$\begin{pmatrix} x'_{11} & x'_{12} & \cdots & x'_{1j} & \cdots & x'_{1n} \\ x'_{21} & x'_{22} & \cdots & x'_{2j} & \cdots & x'_{2n} \\ \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots \\ x'_{i1} & x'_{i2} & \cdots & x'_{ij} & \cdots & x'_{in} \\ \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots & \cdots \\ x'_{m1} & x'_{m2} & \cdots & x'_{mj} & \cdots & x'_{mn} \end{pmatrix}$					
2	$\mathbf{X}'_2$						
...	...						
$i$	$\mathbf{X}'_i$						
...	...						
$m$	$\mathbf{X}'_m$						

图 2 测量值标准化转换后构成的向量矩阵示意图

根据样品物理特性参数测量值组合向量分量的分布特征选择适合的标准化转换方法。本文件采用线性归一化算法。

6.2 线性归一化算法

将样品的物理特性参数测量值组合向量的每个分量,宜按照公式(1)转换为 0~1 范围的值。公式(1)以最小值为参照点,最大值最小值之差为基本单位。

$$x'_{ij} = \frac{x_{ij} - a_j}{b_j - a_j} \cdots \cdots \cdots (1)$$

式中：

*i* ——对应 *m* 个样品中的顺序数；

*j* ——对应第 *i* 个样品的 *n* 个特性参数测量值中的顺序数；

$x'_{ij}$  ——第 *i* 个样品中第 *j* 个特性参数测量值标准化转换后的转换值；

$x_{ij}$  ——第  $i$  个样品中第  $j$  个特性参数测量值；

$a_j$  ——所有待评价样品第  $j$  列特性参数测量值中的最小值或先验可能数值范围的最小值或品质控制允许最小值；

$b_j$  ——所有待评价样品第  $j$  列特性参数测量值中的最大值或先验可能数值范围的最大值或品质控制允许最大值。

$a_j$  和  $b_j$  的取值方式会影响一致性评价结果，宜试算后选择适合的取值方式。

线性归一化算法易受两端极值影响。

## 7 计算和评价

### 7.1 通则

常用评价方法分为图形表示法和数学计算法两类。图形表示法直观、形象、易于操作，但当参加评价的样品或参数较多时图形表示法不适合，宜采用数学计算法。进行评价时，根据需求选取其中一个评价方法即可。

常采用的数学计算法为欧氏距离法、标准化欧式距离法和余弦相似度法，但不限于本文件提到的计算方法和公式。不同的计算方法和计算公式反映不同的评估意图。也可根据评价对象的实际情况设置物理特性参数不同的加权系数，7.3 给出了带权重的计算公式。

各种方法的典型案例见附录 A 的流化床一步制粒质量一致性评价示例和附录 B 的单壁碳纳米管粉体质量一致性评价示例。

### 7.2 图形表示法

对所测得的各样品特性参数分别进行标准化转换后，可绘制各样品物理特性参数转换值的雷达图。示例见 A.2.3.1 和 B.2.3.1。

雷达图坐标轴取值范围为 0~1，每个物理特性参数的转换值相连构成多边形，多边形的边数是所选取的物理特性参数的数量。雷达图要求至少 3 个物理特性参数。

折线图横轴为各物理特性参数分类，纵轴为各物理特性参数的标准化转换值，取值范围为 0~1，物理特性参数的标准化转换值相连构成折线，示例见 A.2.3.2 和 B.2.3.2。

比较雷达图中各样品对应的的多边形或折线图中各样品对应的的折线，可直接观察批次间或批次内样品间的质量一致性。

### 7.3 数学计算法

#### 7.3.1 欧氏距离法

##### 7.3.1.1 概述

欧氏距离计算值对向量的方向差异和大小差异都敏感。欧氏距离越大，代表两个向量绝对距离越远，两批次样品物理特性参数测量值间的差异越大，计算示例见 A.2.3.3 和 B.2.3.3。

##### 7.3.1.2 计算

标准化转换后，宜按照公式(2)或带权重的公式(3)计算第  $p$  个样品向量  $\mathbf{X}'_p$  和第  $q$  个样品向量  $\mathbf{X}'_q$  之间的欧氏距离。

$$\rho(\mathbf{X}'_p, \mathbf{X}'_q) = \sqrt{\sum_{j=1}^n (x'_{pj} - x'_{qj})^2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\rho(\mathbf{X}'_p, \mathbf{X}'_q, \mathbf{W}) = \sqrt{\sum_{j=1}^n w_j^2 (x'_{pj} - x'_{qj})^2} \quad \dots\dots\dots (3)$$



式中：

- $\rho(\mathbf{X}'_p, \mathbf{X}'_q)$  ——第  $p$  个样品和第  $q$  个样品的物理特性参数转换值组合向量间的欧氏距离；  
 $\mathbf{X}'_p$  ——第  $p$  个样品的物理特性参数测量值对应转换值构成的向量；  
 $\mathbf{X}'_q$  ——第  $q$  个样品的物理特性参数测量值对应转换值构成的向量；  
 $j$  ——对应样品  $n$  个特性参数转换值中的顺序数；  
 $n$  ——每个样品物理特性参数转换值的个数，即图 1 中矩阵的列数；  
 $x'_{pj}$  ——第  $p$  个样品的第  $j$  个物理特性参数测量值对应的转换值；  
 $x'_{qj}$  ——第  $q$  个样品的第  $j$  个物理特性参数测量值对应的转换值；  
 $\mathbf{W}$  —— $n$  个物理特性对应权重系数构成的向量；  
 $\rho(\mathbf{X}'_p, \mathbf{X}'_q, \mathbf{W})$  ——第  $p$  个样品和第  $q$  个样品的物理特性参数转换值组合向量间的加权欧氏距离；  
 $w_j$  ——第  $j$  列物理特性参数测量值对应转换值的权重系数。

以上欧氏距离的计算值是综合了向量的方向差异和大小差异。如果实际应用需求上只需要看方向差异，则宜按照公式(1)对各向量的分量进行标准化转换后，再按照公式(4)进行二次转换。二次转换后，各样品对应的向量的大小皆为 1。用二次转换后的向量计算向量间的欧氏距离仅反映向量方向差异，也就是各分量分布的差异。

$$x''_{ij} = \frac{x'_{ij}}{\sqrt{\sum_{j=1}^n x'^2_{ij}}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- $x''_{ij}$  ——第  $i$  个样品中第  $j$  个特性参数测量值的二次转换值；  
 $x'_{ij}$  ——第  $i$  个样品中第  $j$  个特性参数测量值标准化转换后的转换值；  
 $i$  ——对应  $m$  个样品中的顺序数；  
 $j$  ——对应第  $i$  个样品的  $n$  个特性参数测量值中的顺序数。

### 7.3.2 标准化欧氏距离法

标准化欧氏距离计算值对向量的方向差异和大小差异敏感。标准化欧氏距离越大，代表两个向量绝对距离越远，两批次样品物理特性参数测量值间的差异越大。

可结合实际情况选用以下标准化欧氏距离公式(5)或带权重的标准化欧氏距离公式(6)，其中方差的计算见公式(7)。使用公式(5)或公式(6)时，直接代入测量值，不需要事先进行标准化转换。

$$\rho(\mathbf{X}_p, \mathbf{X}_q) = \sqrt{\sum_{j=1}^n \frac{(x_{pj} - x_{qj})^2}{S_j^2}} \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$\rho(\mathbf{X}_p, \mathbf{X}_q, \mathbf{W}) = \sqrt{\sum_{j=1}^n \frac{w_j^2 (x_{pj} - x_{qj})^2}{S_j^2}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$S_j^2 = \frac{\sum_{i=1}^m \{x_{ij} - [\sum (x_{1j} + x_{2j} + \dots + x_{mj})]/m\}^2}{m - 1} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- $\mathbf{X}_p$  ——第  $p$  个样品的物理特性参数测量值构成的向量；  
 $\mathbf{X}_q$  ——第  $q$  个样品的物理特性参数测量值构成的向量；  
 $\rho(\mathbf{X}_p, \mathbf{X}_q)$  ——第  $p$  个样品和第  $q$  个样品的物理特性参数测量值组合向量间的标准化欧氏距离；  
 $j$  ——对应样品  $n$  个特性参数测量值中的顺序数；  
 $n$  ——每个样品物理特性参数测量值的个数，即图 1 中矩阵的列数；

- $x_{pj}$  ——第  $p$  个样品的第  $j$  个物理特性参数测量值；  
 $x_{qj}$  ——第  $q$  个样品的第  $j$  个物理特性参数测量值；  
 $S_j^2$  ——第  $j$  列物理特性参数测量值的方差；  
 $\mathbf{W}$  —— $n$  个物理特性对应权重系数构成的向量；  
 $\rho(\mathbf{X}_p, \mathbf{X}_q, \mathbf{W})$  ——第  $p$  个样品和第  $q$  个样品的物理特性参数测量值组合向量间的加权标准化欧氏距离；  
 $w_j$  ——第  $j$  列物理特性参数测量值的权重系数；  
 $m$  ——每列物理特性参数测量值的个数，即图 1 中矩阵的行数；  
 $x_{ij}$  ——第  $i$  个样品的第  $j$  个物理特性参数测量值；  
 $x_{mj}$  ——第  $m$  个样品的第  $j$  个物理特性参数测量值。

### 7.3.3 余弦相似度法

#### 7.3.3.1 概述

两个向量夹角的余弦值大小可以反映两个向量指向相同方向的程度。两个向量有相同的指向时，余弦相似度的值为 1；两个向量夹角为  $90^\circ$  时，余弦相似度的值为 0。余弦值越趋近于 1，表示两个向量的方向越接近；余弦值越趋近于 0，表示两个向量近乎于正交。因此，余弦相似度越接近 1，说明两个样品的物理特性参数组合向量越相似。计算示例见 A.2.3.4 和 B.2.3.4。

需注意，余弦相似度数值仅对向量的方向差异敏感，对大小差异不敏感。当两个向量方向一致而大小不一致时，会得到相同的余弦相似度值。

零向量和其他向量间无法计算余弦相似度值。

#### 7.3.3.2 计算

标准化转换后，宜按照公式(8)或带权重的公式(9)计算第  $p$  个样品向量  $\mathbf{X}'_p$  和第  $q$  个样品向量  $\mathbf{X}'_q$  之间的余弦相似度。

$$S(\mathbf{X}'_p, \mathbf{X}'_q) = \frac{\sum_{j=1}^n x'_{pj} x'_{qj}}{\sqrt{\sum_{j=1}^n x'^2_{pj}} \sqrt{\sum_{j=1}^n x'^2_{qj}}} \quad \dots\dots\dots (8)$$

$$S(\mathbf{X}'_p, \mathbf{X}'_q, \mathbf{W}) = \frac{\sum_{j=1}^n w_j^2 x'_{pj} x'_{qj}}{\sqrt{\sum_{j=1}^n w_j^2 x'^2_{pj}} \sqrt{\sum_{j=1}^n w_j^2 x'^2_{qj}}} \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

- $\mathbf{X}'_p$  ——第  $p$  个样品的物理特性参数测量值对应转换值构成的向量；  
 $\mathbf{X}'_q$  ——第  $q$  个样品的物理特性参数测量值对应转换值构成的向量；  
 $S(\mathbf{X}'_p, \mathbf{X}'_q)$  ——第  $p$  个样品和第  $q$  个样品的物理特性参数转换值组合向量间的余弦相似度；  
 $j$  ——对应样品  $n$  个特性参数转换值中的顺序数；  
 $n$  ——每个样品物理特性参数转换值的个数，即图 2 中矩阵的列数；  
 $x'_{pj}$  ——第  $p$  个样品的第  $j$  个物理特性参数测量值对应的转换值；  
 $x'_{qj}$  ——第  $q$  个样品的第  $j$  个物理特性参数测量值对应的转换值；  
 $\mathbf{W}$  —— $n$  个物理特性对应权重系数构成的向量；  
 $S(\mathbf{X}'_p, \mathbf{X}'_q, \mathbf{W})$  ——第  $p$  个样品和第  $q$  个样品的物理特性参数转换值组合向量间的加权余弦相似度；  
 $w_j$  ——第  $j$  列物理特性参数测量值对应转换值的权重系数。

## 8 评价报告

评价报告包括但不限于下列内容：

- a) 本文件编号；
- b) 评价对象描述(评价对象的名称、规格、生产厂家、生产日期或批号、取样方法、样品编号)；
- c) 采用的物理特性参数组合及各参数测量条件(测试方法或测量程序、操作员、测试/检量设施、检测试剂)；
- d) 样品物理特性参数测量值；
- e) 物理特性参数的标准化转换方法和测量值转换后的数值；
- f) 一致性评价方法,数学计算法采用的计算公式；
- g) 评价结果；
- h) 评价人、评价时间和评价地点。

附录 A  
(资料性)

流化床一步制粒质量一致性评价示例

A.1 概要

流化床一步制粒是利用气流使物料呈悬浮流化状态,再喷入黏合剂液体,使粉末聚结成粒的方法,在化工、制药、食品等领域中已被广泛应用。本示例采用的是流化床一步制粒中的脉冲喷雾制粒法(pulsed-spray fluid-bed granulation,PSFBG)。基于颗粒产品的物理特性参数(包括松装密度、振实密度、空隙率、压缩度、豪斯纳比、休止角、水的质量分数、10%累积分布粒径、50%累积分布粒径、90%累积分布粒径、粒径分布宽度和相对粒径分布宽度)构建物理特性参数的组合,对不同批次 PSFBG 所得颗粒的质量一致性进行比较和评价。

A.2 计算和评价

A.2.1 物理特性参数组合的构建

选择颗粒物理特性参数松装密度、振实密度、空隙率、压缩度、豪斯纳比、休止角、水的质量分数、10%累积分布粒径、50%累积分布粒径、90%累积分布粒径、粒径分布宽度和相对粒径分布宽度这 12 个方面构成本次评价的物理特性参数组合,如表 A.1 所示。

表 A.1 物理特性参数组合

分类	物理特性参数	符号	单位
堆积性	松装密度	$\rho_s$	$\text{g}/\text{cm}^3$
	振实密度	$\rho_t$	$\text{g}/\text{cm}^3$
可压性	空隙率	$\epsilon$	—
流动性	压缩度	$C_P$	—
	豪斯纳比	$H$	—
	休止角	$\theta_r$	(°)
稳定性	水的质量分数	$MC$	—
外形	10%累积分布粒径	$D_{10}$	mm
	50%累积分布粒径	$D_{50}$	mm
	90%累积分布粒径	$D_{90}$	mm
	粒径分布宽度	$W_D$	$\mu\text{m}$
	相对粒径分布宽度	$_{10}D_{90}$	—
注:“—”表示无内容。			

A.2.2 标准化转换处理

按照公式(1)将物理特性参数进行标准化转换,将归一化后的数值控制在 0~1。样品测量值和归一化处理后的转换值如表 A.2 所示。以批次 3 为例,其物理特性参数组合向量可以表示为(1,1,0.697,0.697,0.672,0.328,0.347,0,0,0,1,0)。

表 A.2 样品物理特性参数测量值和转换值

物理特性参数		$\rho_a$	$\rho_t$	$\epsilon$	$C_P$	$H$	$\theta_r$	$MC$	$D_{10}$	$D_{50}$	$D_{90}$	$W_D$	$_{10}D_{90}$
单位		g/cm <sup>3</sup>	g/cm <sup>3</sup>	—	—	—	(°)	—	μm	μm	μm	μm	—
各批次测量值	1	0.23	0.31	26.88%	0.27	1.37	49.48	3.73%	157.73	320.71	268.12	162.98	0.61
	2	0.30	0.39	24.33%	0.24	1.32	44.66	4.79%	125.82	320.78	237.22	194.96	0.82
	3	0.30	0.42	29.44%	0.29	1.42	47.02	5.46%	84.62	219.27	121.66	134.65	1.11
	4	0.25	0.34	26.35%	0.26	1.36	44.54	6.69%	123.91	309.51	234.51	185.60	0.79
	5	0.19	0.28	30.26%	0.30	1.43	51.51	6.19%	124.12	319.17	257.07	195.05	0.76
	6	0.30	0.40	26.55%	0.27	1.36	46.68	5.68%	86.34	226.71	132.87	140.37	1.06
	7	0.20	0.29	29.73%	0.30	1.42	50.72	7.85%	106.42	307.49	218.11	201.07	0.92
	8	0.27	0.36	23.57%	0.24	1.31	47.99	5.27%	91.36	227.35	142.57	136.00	0.96
	9	0.27	0.37	27.08%	0.27	1.37	46.44	6.80%	107.82	283.28	198.67	175.47	0.88
	10	0.19	0.28	32.00%	0.32	1.47	51.02	8.08%	130.41	330.20	275.90	199.79	0.72
	11	0.20	0.28	29.25%	0.29	1.41	52.10	8.17%	135.33	329.13	265.95	193.79	0.73
	12	0.19	0.26	27.26%	0.27	1.38	51.90	8.72%	135.18	333.97	259.74	198.79	0.77
各批次转换值	1	0.355	0.317	0.393	0.393	0.363	0.654	0.000	1.000	0.884	0.950	0.427	0.000
	2	0.985	0.811	0.089	0.089	0.074	0.017	0.213	0.564	0.885	0.749	0.908	0.430
	3	1.000	1.000	0.697	0.697	0.672	0.328	0.347	0.000	0.000 0	0.000	0.000 0	1.000
	4	0.564	0.493	0.330	0.330	0.303	0.000	0.593	0.537	0.787	0.732	0.767	0.369
	5	0.029	0.096	0.794	0.794	0.772	0.923	0.493	0.540	0.871	0.878	0.909	0.304
	6	0.962	0.863	0.353	0.353	0.324	0.283	0.390	0.024	0.065	0.073	0.086	0.902
	7	0.115	0.167	0.731	0.731	0.713	0.818	0.827	0.298	0.769	0.625	1.000 1	0.630
	8	0.776	0.606	0.000	0.000	0.000	0.456	0.309	0.092	0.070	0.136	0.020	0.698
	9	0.738	0.675	0.417	0.417	0.388	0.252	0.615	0.317	0.558	0.499	0.615	0.551
	10	0.009	0.121	1.000	1.000	1.000	0.857	0.872	0.626	0.967	1.000	0.981	0.232
	11	0.063	0.104	0.674	0.674	0.645	1.000	0.890	0.694	0.958	0.935	0.890	0.242
	12	0.000	0.000	0.438	0.438	0.406	0.974	1.000	0.692	1.000 1	0.895	0.966	0.315
注：“—”表示无内容。													



A.2.3 质量一致性评价

A.2.3.1 雷达图法

12 个批次物理特性参数转换值的雷达图如图 A.1 所示,雷达叠加见图如图 A.2。可以看出,批次 5、批次 7、批次 10、批次 11、批次 12 的雷达图相似性较高,说明批次 5、批次 7、批次 10、批次 11、批次 12 有相似的物理属性。批次 5、批次 7 的雷达图重叠度高。

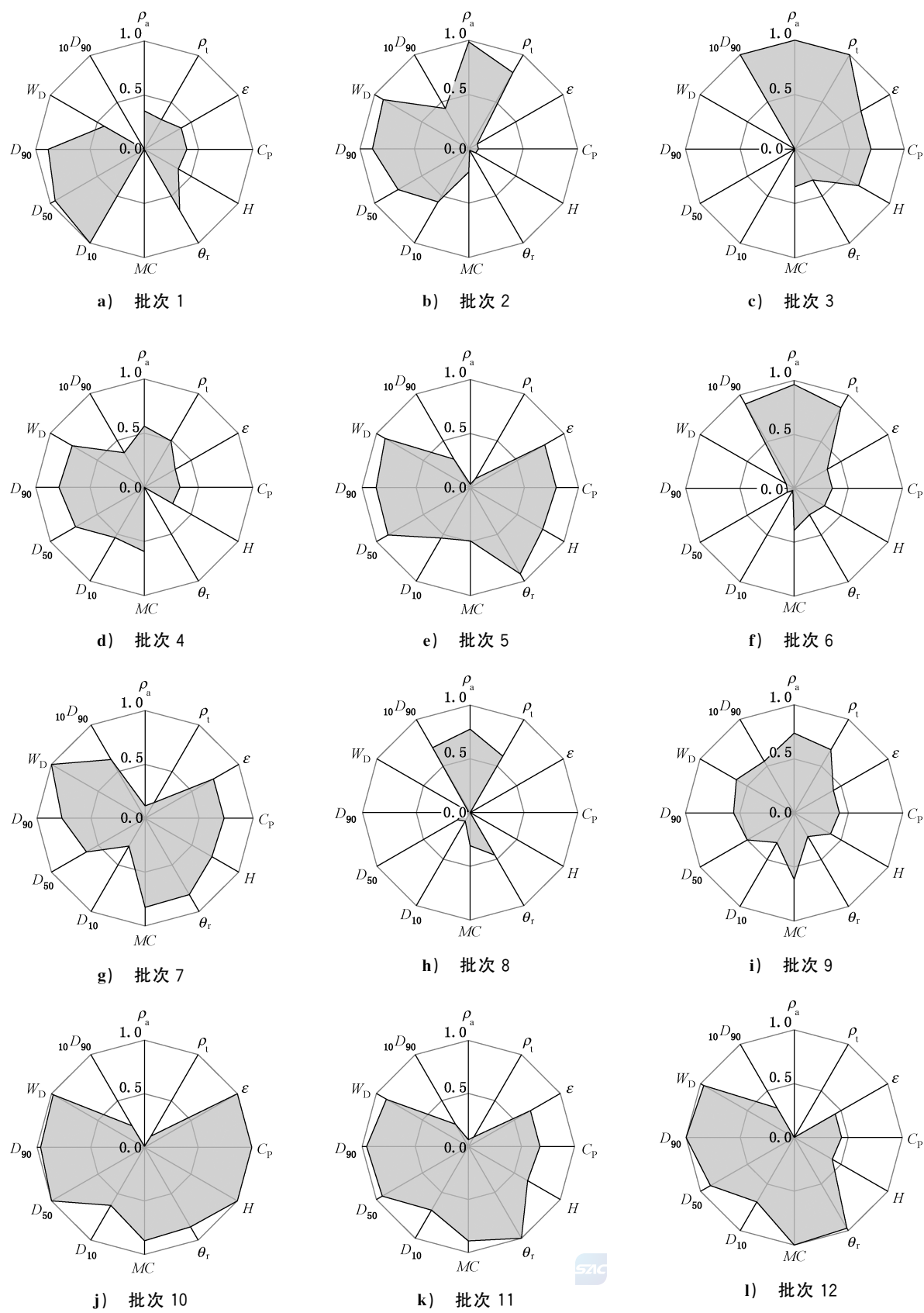


图 A.1 各批次物理特性参数转换值的雷达图

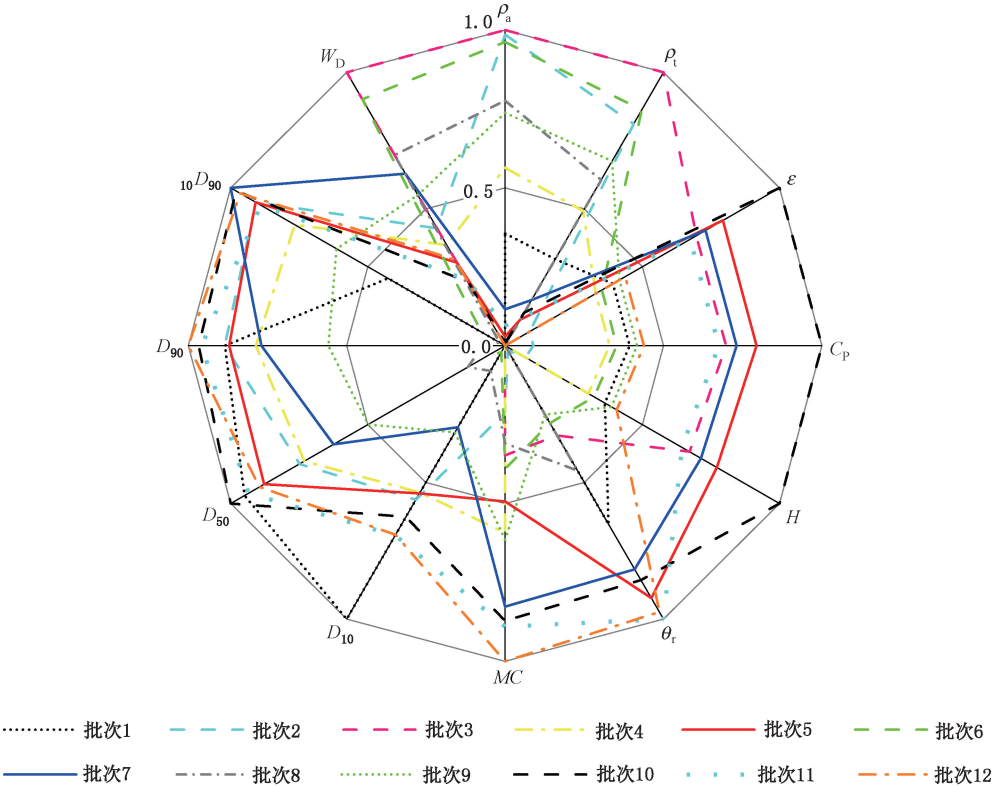


图 A.2 各批次物理特性参数转换值的雷达叠加图

A.2.3.2 折线图法

各批次物理特性参数转换值的折线叠加图见图 A.3。

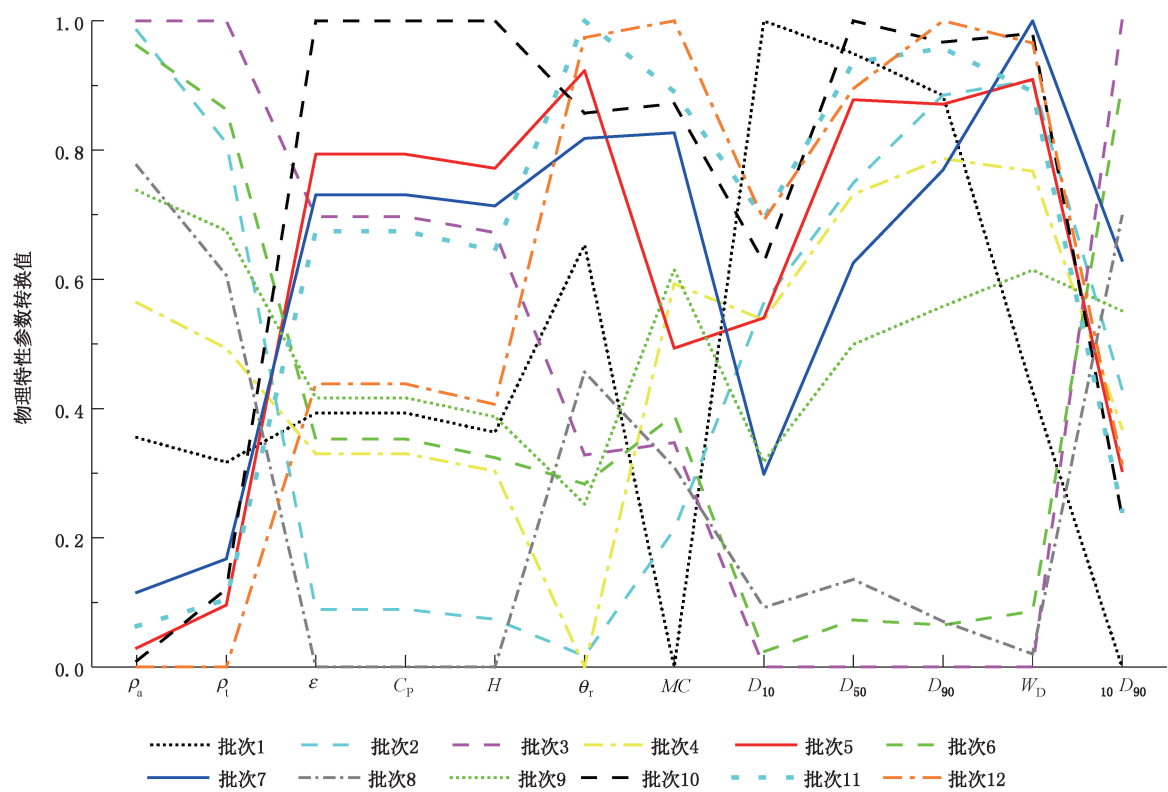


图 A.3 各批次物理特性参数转换值的折线叠加图

A.2.3.3 欧氏距离法

采用公式(2)计算 12 个批次物理特性参数转换值向量间欧氏距离,从整体角度比较各批次 PSF-BG 制备颗粒的相似性,计算结果和各批次间欧氏距离的大小对比见图 A.4。欧氏距离越小,两批次间越相似。





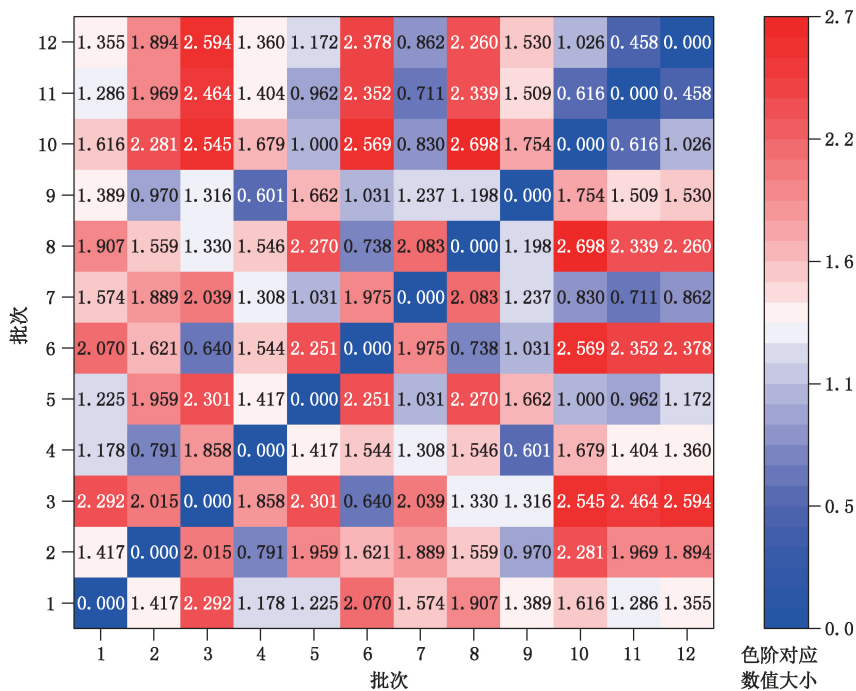


图 A.4 各批次物理特性参数转换值向量间的欧氏距离热力图

A.2.3.4 余弦相似度法

采用公式(8)计算 12 个批次物理特性参数转换值向量间余弦相似度,从整体角度比较不同批次 PSFBG 制备颗粒的相似性,计算结果和各批次间余弦相似度的大小对比见图 A.5。余弦相似度越接近 1,两批次间越相似。

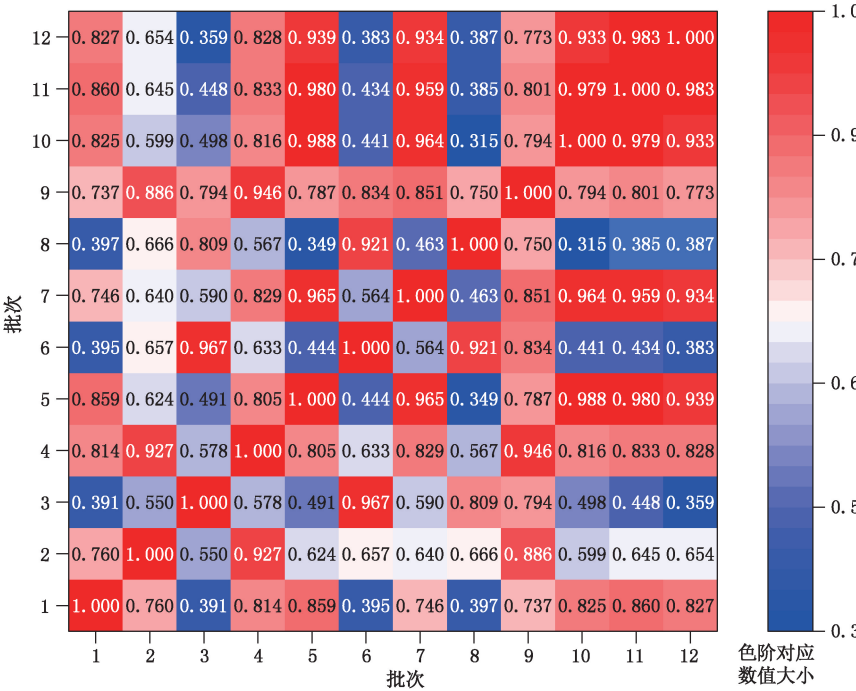


图 A.5 各批次物理特性参数转换值向量间的余弦相似度热力图

在所制备的 12 批颗粒中,批次 10~批次 12 采用相同的制粒工艺,其余弦相似度均大于 0.9,批次 1~批次 10 采用不同的制备工艺,其余弦相似度与批次 10~批次 12 相比,除批次 5、批次 7 以外, $s=0.315\ 4\sim 0.885\ 9$ 。批次 5、批次 7 两者本身制备工艺不同,与批次 10~批次 12 的制备工艺也不同,但是在 PSFBG 过程中,工艺参数与产品质量属性之间的关系较复杂,不仅一些关键工艺参数与产品质量属性之间存在着主效应,还与其他因素之间存在交互作用,因此在不同的工艺参数下也有可能生产出质量相似的产品。

A.3 主成分分析

主成分分析是一种常见的多元统计分析方法,它可将多个参数转化为少数几个综合参数并尽可能的保持原有信息从而简化数据集。颗粒的物理性质众多,可通过主成分分析综合反映颗粒的物理性质。本实验中,对 12 批颗粒的物理特性参数标准化后进行主成分分析,提取出 2 个主成分,二者的累计方差贡献率为 85%,其中第一主成分(PC1)和第二主成分(PC2)分别提取 62.3%和 22.7%的数据信息。12 个批次的前 2 个主成分得分图见图 A.6,前 2 个主成分载荷图见图 A.7,各物理特性参数对 PC1 和 PC2 的贡献率见图 A.8。

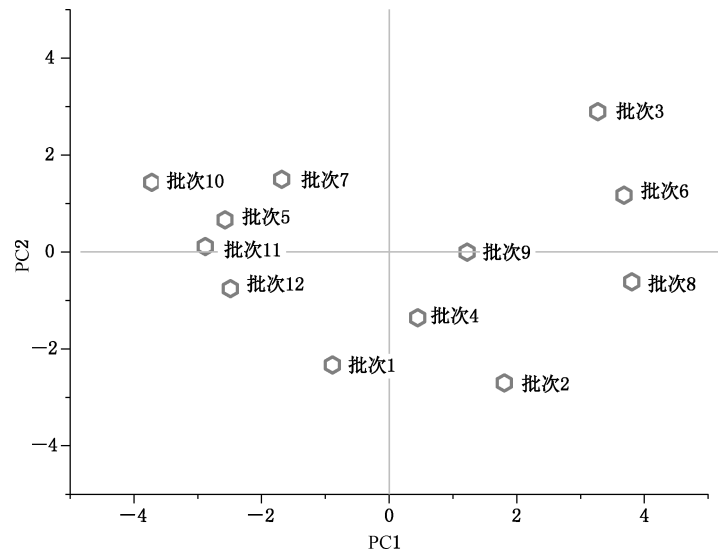


图 A.6 主成分分析的前 2 个主成分的得分图

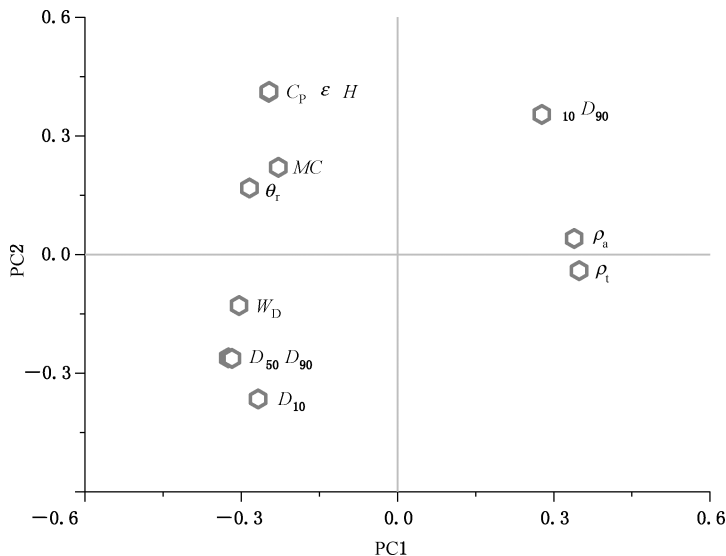
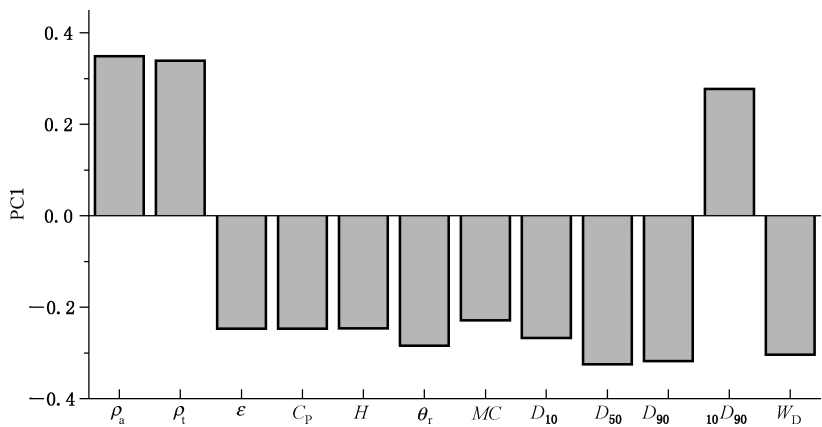
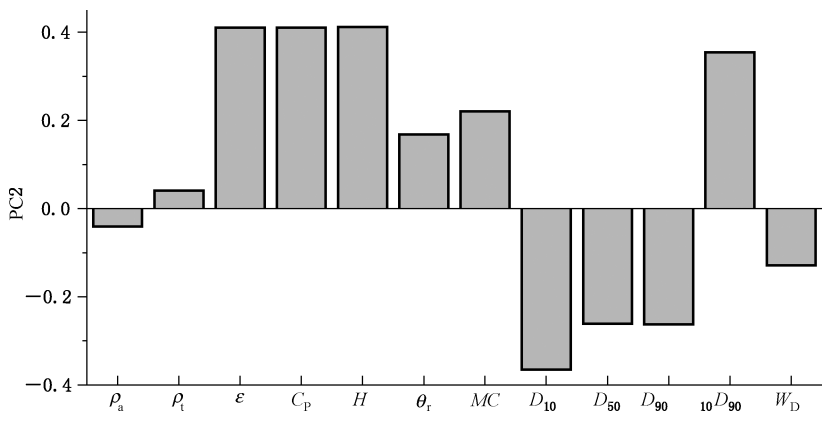


图 A.7 主成分分析的前 2 个主成分的载荷图



a) 不同物理特性参数对 PC1 的贡献率



b) 不同物理特性参数对 PC2 的贡献率

图 A.8 不同物理特性参数对 PC1 和 PC2 的贡献率

由图 A.6 的得分图可知,不同批次 PSFBG 制备颗粒的物理性质存在差异,其中,批次 5、批次 7、批次 10、批次 11 和批次 12 的位置分布相对集中,可知此 5 批次颗粒物理性质相近。

由载荷图得到各参数之间的关系,一般认为,在载荷图中,位于相邻位置的变量之间为正相关,位于原点两侧的变量之间为负相关。由图 A.7 的载荷图可知,在所测量的 12 个物理特性参数中, $D_{10}$ 、 $D_{50}$ 、 $D_{90}$ 、 $W_D$ 位于同一个区域且互为正相关, $C_p$ 、 $\varepsilon$ 、 $H$ 、 $\theta_r$ 、 $MC$ 呈现出同样的规律;而  $\rho_a$  与  $\rho_t$  分别位于原点的两侧,呈负相关。

由图 A.8 的贡献率图可知, $\rho_a$ 、 $\rho_t$ 、 $D_{50}$ 、 $D_{90}$ 、 $W_D$ 等物理参数对 PC1 的贡献较大, $\varepsilon$ 、 $C_p$ 、 $H$ 、 $10D_{90}$ 等物理参数对 PC2 的贡献较大。

附 录 B  
(资料性)

单壁碳纳米管粉体质量一致性评价示例

B.1 概要

碳纳米管(carbon nanotubes,以下简称 CNT)又称巴基管,由六边形排列的碳原子构成,它重量轻且六边形连接的结构完美,拥有非常好的力学、电学、化学性能。随着电子信息产业的不断发展,硅基晶体管 and 集成电路逐渐到达其物理和工程极限,半导体产业正进入后摩尔时代。单壁碳纳米管(single-wall carbon nanotubes,以下简称 SWCNT)独特的准一维结构和优异的性能使其在众多电子信息粉体材料中备受瞩目。本示例基于 SWCNT 粉体的物理特性参数(包括比表面积、D 模和 G 模的比值、松装密度、电阻率、外推起始温度、主要氧化温度、灰分含量、碳含量和休止角)构建物理特性参数的组合,对不同批次不同种类的 SWCNT 粉体的质量一致性进行比较和评价。

B.2 计算和评价

B.2.1 粉体的批次及种类

本次评价的 SWCNT 粉体共有短管、长管、羟基化长管、羧基化长管四种共 14 个样品,SWCNT 对应批次及种类见表 B.1。

表 B.1 14 个样品 SWCNT 的种类

样品序号	批次	种类
1	1	SWCNT(短管)
2	1	SWCNT(短管)
3	1	SWCNT(短管)
4	2	SWCNT(短管)
5	2	SWCNT(短管)
6	2	SWCNT(短管)
7	2	SWCNT(短管)
8	3	羟基化 SWCNT(长管)
9	3	羟基化 SWCNT(长管)
10	4	羧基化 SWCNT(长管)
11	4	羧基化 SWCNT(长管)
12	5	SWCNT(长管)
13	5	SWCNT(长管)
14	5	SWCNT(长管)

B.2.2 物理特性参数组合的构建和标准化转换处理

选择 SWCNT 粉体物理特性参数比表面积、D 模和 G 模的比值、松装密度、电阻率、外推起始温度、

主要氧化温度、灰分含量、碳含量和休止角构成本次评价的物理特性参数组合,以及允许数值范围如表 B.2所示。

表 B.2 物理特性参数组合

物理特性	物理特性参数	符号	单位	允许 最小值	允许 最大值
内部结构	比表面积	$S$	$\text{m}^2/\text{g}$	290	420
	D 模和 G 模的比值	$I_{\text{D}}/I_{\text{G}}$	—	0.1	0.15
	松装密度	$\rho_{\text{a}}$	$\text{g}/\text{cm}^3$	0.15	0.4
导电性	电阻率	$\rho$	$\text{m}\Omega \cdot \text{cm}$	110	205
热稳定性	外推起始温度	$T_{\text{e}}$	$^{\circ}\text{C}$	460	530
	主要氧化温度	$T_{\text{ox}'}$	$^{\circ}\text{C}$	520	620
组分	灰分含量	$R_{\text{res}}$	—	0	12%
	碳含量	$w_{\text{c}}$	—	85%	95%
堆积特性	休止角	$\theta_{\text{r}}$	$(^{\circ})$	29	42
注:“—”表示无内容。					

用表 B.2 各个参数的允许最小值和最大值,按照公式(1)将各样品的物理特性参数进行标准化转换。测量值和转换值如表 B.3 所示。以样品 3 为例,其物理特性参数组合向量可以表示为(0.497,0.096,0.020,0.088,0.430,0.464,0.893,0.372,0.882)。

表 B.3 14 个样品的物理特性参数测量值和转换值

物理特性参数		内部结构			导电性	热稳定性		组分		堆积特性
		$S$	$I_{\text{D}}/I_{\text{G}}$	$\rho_{\text{a}}$	$\rho$	$T_{\text{e}}$	$T_{\text{ox'}}$	$R_{\text{res}}$	$w_{\text{c}}$	$\theta_{\text{r}}$
单位		$\text{m}^2/\text{g}$	—	$\text{g}/\text{cm}^3$	$\text{m}\Omega \cdot \text{cm}$	$^{\circ}\text{C}$	$^{\circ}\text{C}$	—	—	$(^{\circ})$
测量值	1	353.23	0.105 7	0.16	127.6	490.9	562.9	10.28%	89.71%	40.79
	2	353.18	0.106 3	0.161	115.9	487.3	563.1	9.57%	87.66%	41.41
	3	354.60	0.104 8	0.155	118.4	490.1	566.4	10.71%	88.72%	40.46
	4	297.98	0.112 4	0.166	154.2	470.2	540.2	4.75%	90.47%	38.06
	5	326.30	0.110 6	0.168	153.1	482.8	562.8	5.38%	91.40%	38.97
	6	331.46	0.110 4	0.165	146.7	471.2	558.2	5.22%	90.87%	38.20
	7	333.93	0.111 4	0.167	147.4	486.9	563.3	5.09%	90.99%	37.42
	8	418.83	0.147 5	0.199	159.8	521.3	609.8	1.85%	93.30%	38.69
	9	388.41	0.143 0	0.204	144.0	522.4	600.2	1.73%	92.99%	39.69
	10	338.80	0.120 0	0.375	165.2	523.0	604.3	0.45%	91.35%	29.94
	11	333.30	0.120 7	0.367	168.2	527.0	603.1	2.18%	90.94%	31.38
	12	292.31	0.115 6	0.226	200.1	466.1	543.7	6.56%	88.04%	38.45
	13	307.57	0.114 5	0.230	188.3	463.3	547.8	6.81%	88.48%	38.66
	14	301.98	0.116 1	0.229	185.9	468.1	543.7	6.17%	88.29%	37.42

表 B.3 14 个样品的物理特性参数测量值和转换值（续）

物理特性参数		内部结构			导电性	热稳定性		组分		堆积特性
		$S$	$I_D/I_G$	$\rho_a$	$\rho$	$T_e$	$T_{ox'}$	$R_{res}$	$w_c$	$\theta_r$
单位		$m^2/g$	—	$g/cm^3$	$m\Omega \cdot cm$	$^{\circ}C$	$^{\circ}C$	—	—	$(^{\circ})$
转换值	1	0.486	0.114	0.040	0.185	0.441	0.429	0.857	0.471	0.907
	2	0.486	0.126	0.044	0.062	0.390	0.431	0.798	0.266	0.955
	3	0.497	0.096	0.020	0.088	0.430	0.464	0.893	0.372	0.882
	4	0.061	0.248	0.064	0.465	0.146	0.202	0.396	0.547	0.697
	5	0.279	0.212	0.072	0.454	0.326	0.428	0.448	0.640	0.767
	6	0.319	0.208	0.060	0.386	0.160	0.382	0.435	0.587	0.708
	7	0.338	0.228	0.068	0.394	0.384	0.433	0.424	0.599	0.648
	8	0.991	0.950	0.196	0.524	0.876	0.898	0.154	0.830	0.745
	9	0.757	0.860	0.216	0.358	0.891	0.802	0.144	0.799	0.822
	10	0.375	0.400	0.900	0.581	0.900	0.843	0.038	0.635	0.072
	11	0.333	0.414	0.868	0.613	0.957	0.831	0.182	0.594	0.183
	12	0.018	0.312	0.304	0.948	0.087	0.237	0.547	0.304	0.727
	13	0.135	0.290	0.320	0.824	0.047	0.278	0.568	0.348	0.743
	14	0.092	0.322	0.316	0.799	0.116	0.237	0.514	0.329	0.648
注：“—”表示无内容。										

B.2.3 质量一致性评价

B.2.3.1 雷达图法

14 个样品物理特性参数转换值的雷达图如图 B.1 所示。可以看出，样品 1、样品 2、样品 3 之间，样品 4、样品 5、样品 6、样品 7 之间，样品 8 和样品 9 之间，样品 10 和样品 11 之间以及样品 12、样品 13、样品 14 之间雷达图重叠度也很高，有相似的物理特性。

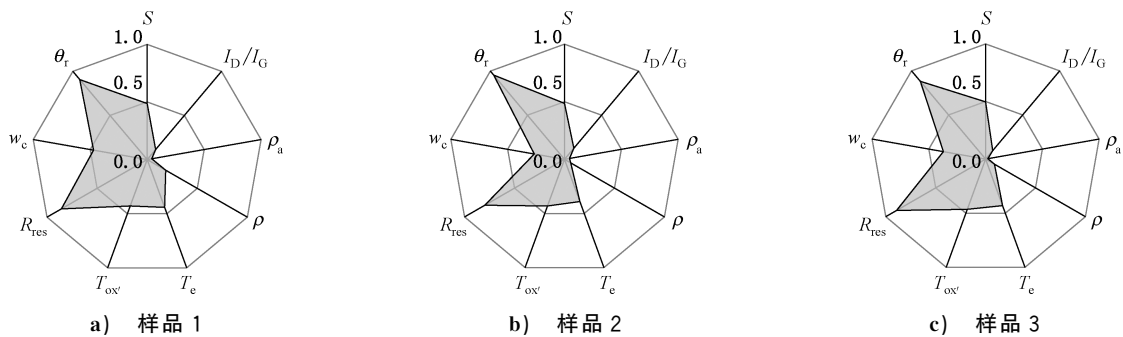


图 B.1 14 个样品物理特性参数转换值的雷达图

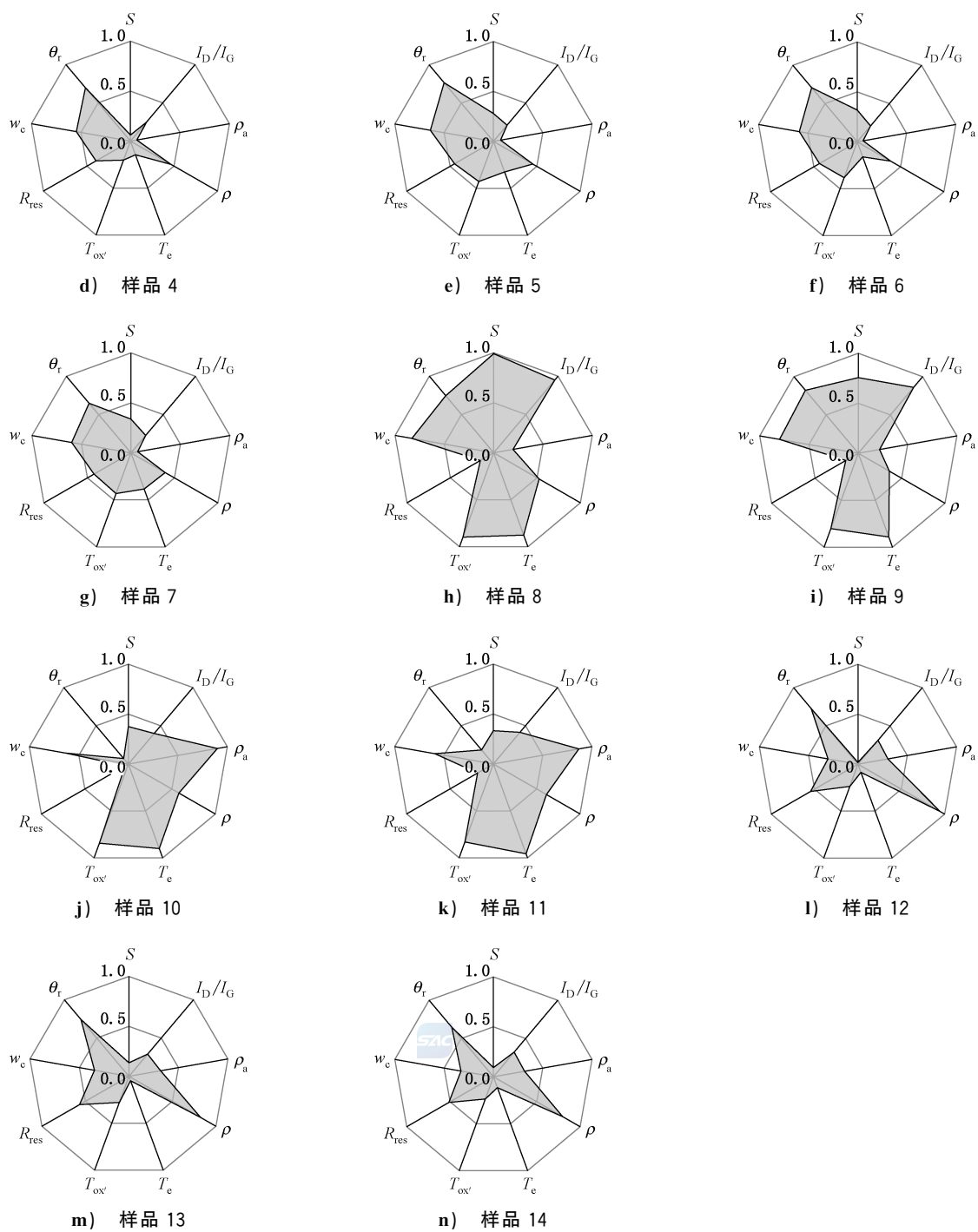


图 B.1 14 个样品物理特性参数转换值的雷达图（续）

B.2.3.2 折线图法

14 个样品物理特性参数转换值的折线叠加图见图 B.2。

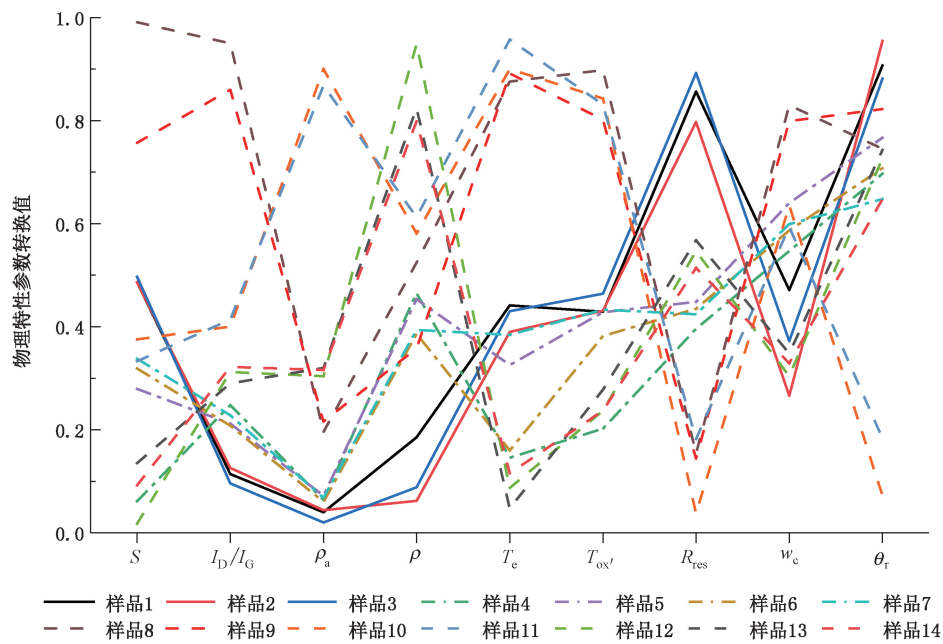


图 B.2 14 个样品物理特性参数转换值的折线叠加图

B.2.3.3 欧氏距离法

采用公式(2)计算 14 个样品物理特性参数转换值向量间欧氏距离,从整体角度比较 14 个 SWC-NT 粉体样品的相似性,计算结果和欧氏距离大小比较见图 B.3。

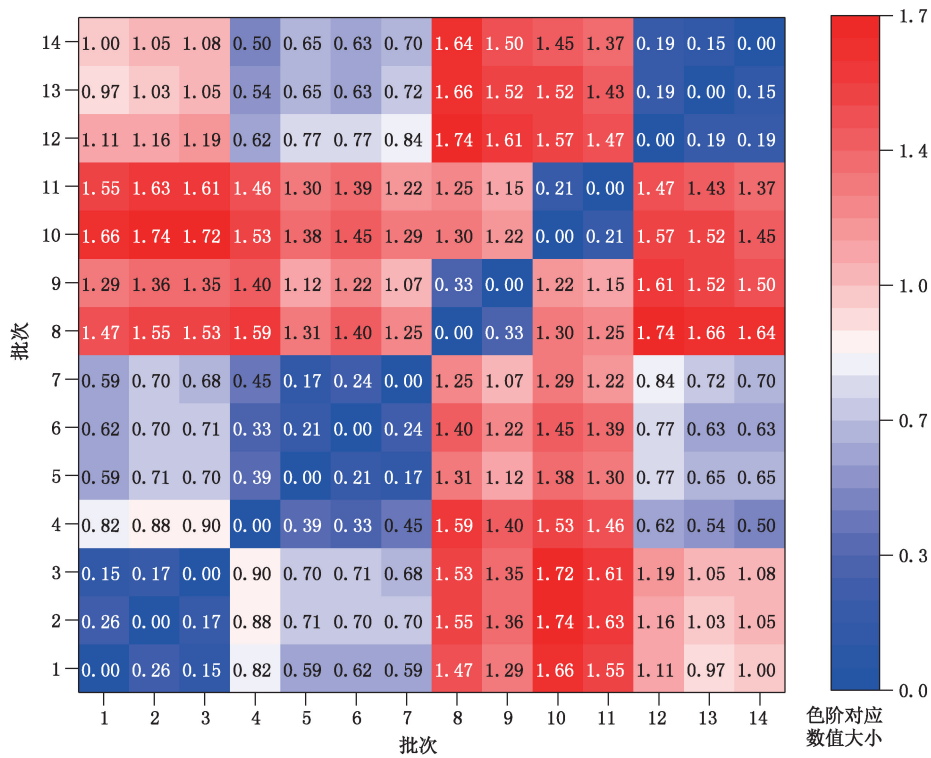


图 B.3 14 个样品物理特性参数转换值向量间的欧氏距离热力图

图 B.3 中样品间欧氏距离数值越小,背景颜色越蓝,两个样品间质量一致性越好;样品间欧氏距离



数值越大,背景颜色越红,两个样品间质量一致性越差。

B.2.3.4 余弦相似度法

采用公式(8)计算 14 个样品物理特性参数转换值向量间余弦相似度,从整体角度比较 14 个 SWC-NT 粉体样品的相似性,计算结果和余弦相似度大小见图 B.4。

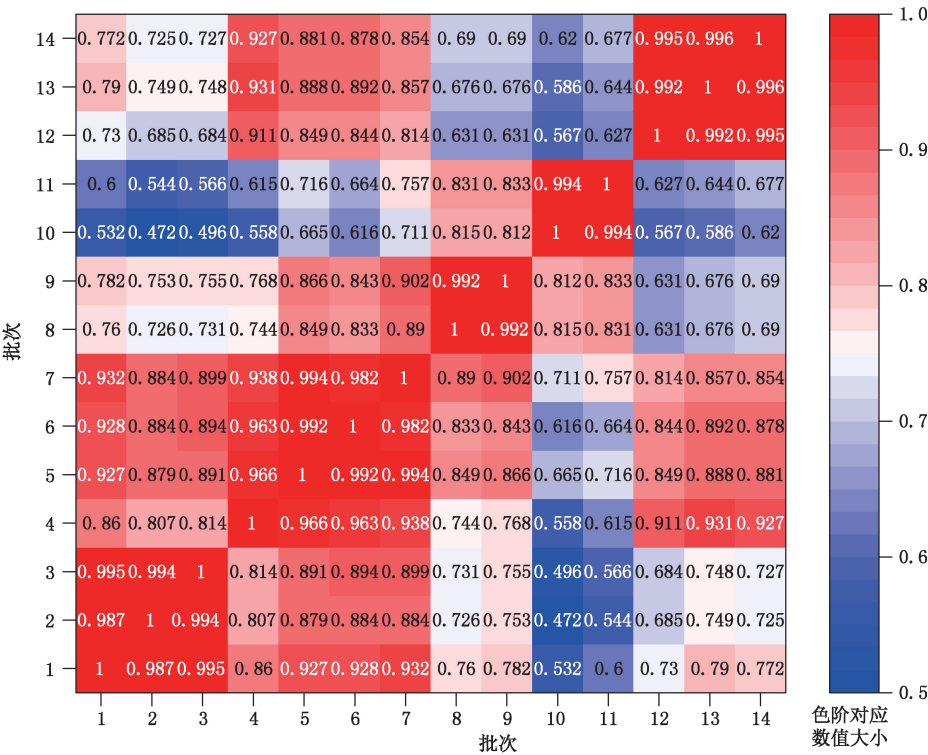


图 B.4 14 个样品物理特性参数转换值向量间的余弦相似度热力图

图 B.4 中样品间余弦相似度越接近 1,背景颜色越红,两个样品间质量一致性越好;样品间余弦相似度越小,背景颜色越蓝,两个样品间质量一致性越差。

B.2.3.5 评价

在所评价的 14 个 SWCNT 单壁碳纳米管粉体样品中,样品 1~样品 3、样品 4~样品 7、样品 8 和样品 9、样品 10 和样品 11、样品 11~样品 14 的批次与种类相同,其雷达图多边形重叠度高、折线图折线相近、欧氏距离均在 0.39 内、余弦相似度值均大于 0.96,这些不同的评价方法都表明相同批次相同种类的 SWCNT 单壁碳纳米管粉体之间的质量一致性较好。

### 参 考 文 献

- [1] GB/T 31057.1—2014 颗粒材料 物理性能测试 第1部分:松装密度的测量
  - [2] GB/T 31057.2—2018 颗粒材料 物理性能测试 第2部分:振实密度的测量
  - [3] GB/T 31057.3—2018 颗粒材料 物理性能测试 第3部分:流动性指数的测量
  - [4] 郭慕孙,李洪钟.流态化手册[M].北京:化学工业出版社,2008.
  - [5] 《数学辞海》编辑委员会.数学辞海:第一卷[M].太原:山西教育出版社,2002:446.
  - [6] 于剑.机器学习——从公理到算法[M].北京:清华大学出版社,2017.
  - [7] 赵洁,瞿海斌,田埂,等.基于粉体学性质的流化床制粒质量一致性评价方法[J].浙江大学学报:工学版,2020(2):7.
  - [8] 郑维行,王声望.实变函数与泛函分析概要(第1册)[M].5版,北京:高等教育出版社,2019.
-

