

《纳米磁性无损检测材料制备方法及设备》

（征求意见稿）

编制说明

一、制定背景

无损检测是工业发展必不可少的有效工具，在一定程度上反映了一个国家的工业发展水平，无损检测其重要性已得到公认，其中磁粉检测由于其检出率较高、使用方便等因素成为无损检测的重要手段之一。无损检测与居民生活、城市生产密切相关，如检测不当或者检测不出将引发重大安全事故，造成难以估量的经济损失。而磁粉检测所使用的磁粉或磁悬液性能的高低对检测的灵敏度影响很大。所谓磁粉，是指以铁磁性物质为主要成分制成的颗粒状物质。磁悬液是把干磁粉调制在煤油或水等载液中制成的，一般以膏状或糊状供应并使用。以干磁粉直接作为缺陷显现介质的检测方法称为干法；以磁悬液作为缺陷显现介质的检测方法称为湿法。Fe₃O₄ 是磁粉或磁悬液的最重要组成成分和影响其性能的最关键指标。所以生产和制造粒子纯度高、磁性强、粒径分布均匀、成本较低的 Fe₃O₄ 粒子，同时添加适当的复配成分和添加剂将能大大改善现有磁粉或磁悬液的性能。采用双滤膜连续制备超顺磁纳米磁性无损检测材料的方法操作简单、产率高、粒子纯度高，粒子粒径为 50-100 nm，改性后线性材料由多个粒子组成，呈线材而非团聚态。产品能提高检出率、尤其对细小裂纹检测有良好表现，比传统生产方式节约成本 30%以上。产品若应用在中无损检测领域，将在经济和质检科技发展中起到重要作用。目前国内还没有对这种新工艺纳米磁性无损检测材料的制备方法进行相关的管理规定，严重的制约了生产现场的管理。本标准从仪器设备、制备步骤及设备维护等专业技术角度对其管理进行了规范化要求，提高其现场使用及管理能力和水平，为其不断向前发展提供重要条件。

二、任务来源

本标准由珠海市机电工程师学会立项，由珠海市淘淘科技有限公司负责牵头制定。

三、标准的编制过程

2022年9月，经过广泛收集整理有关的国内外标准信息 and 文献资料，召开多次讨论会，深入进行探讨，初步形成了标准的大纲，由珠海市淘淘科技有限公司向珠海市机电工程师学会提出编制标准。

2022年10月10日，由珠海市机电工程师学会立项。

2022年10月14日，珠海市机电工程师学会派出专家指导标准的制定。

2022年10月20日，小组召开该标准的内部讨论会，综合考虑珠海市机电工程师学会派出专家提出的意见和建议，形成征求意见稿及编制说明。

四、标准的编制原则

（一）合理性原则

本标准从国家政策和全国市场出发，综合考虑纳米磁性无损检测材料制备方法、设备的发展及管理的实际需求，根据当前国家对纳米磁性无损检测材料制备及设备的要求，为其使用提供有效指导，合理可行，便于企业实施与监督管理。

（二）协调性原则

本标准符合国家的政策，贯彻国家的法律法规，与国家级行业要求的相关标准协调一致、衔接配套，符合设备管理的基本要求和过程要求，能够满足纳米磁性无损检测材料制备方法及设备的需要。

（三）可操作性原则

标准条文的设置和要求与纳米磁性无损检测材料制备方法及设备相协调，避免出现因企业无相关的整理要求而不能科学或过于复杂导致平时无法进行有效管理等状况，影响其使用。

（四）规范性原则

本标准按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》规定的格式进行编写。

五、标准的整体结构

本标准内容主要包括范围、规范性引用文件、术语和定义、方法原理、试剂和材料、仪器、制备步骤、膜组件的清洗共8章。

六、标准的主要内容和条款解析

（一）关于标准的适用范围

本文件规定了基于膜技术和化学共沉淀法相结合的纳米磁性无损检测材料制备方法的原理、试剂和材料、仪器、制备步骤和膜组件清洗的要求。

本文件适用于粒径在20nm至100nm的磁性无损检测材料的制备。

（二）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 209 工业用氢氧化钠

GB/T 534 工业硫酸

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 1289 化学试剂 草酸钠

GB/T 1621 工业氯化铁

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 19619-2004 纳米材料术语

GB/T 20737 无损检测 通用术语和定义

HY/T 061 中空纤维微滤膜组件

HG/T 4200 工业氯化亚铁

NB/T 47013.1-2015 承压设备无损检测 第1部分：通用要求

（三）术语和定义

本文件规定了膜技术、化学共沉淀法、纳米材料、无损检测定义。

（四）方法原理

该方法是基于膜技术结合化学共沉淀法，制备纳米磁性粒子，然后对其进行表面修饰，生产出高纯度、强磁性、高分散性、粒径均匀的磁性粒子，制得一种粒径在 20nm 至 100nm 的磁性材料。

（五）试剂和材料

1、试剂和水，本标准所用试剂，除非另有规定，应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

2、标准溶液，试验中所需标准溶液，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 602 的规定制备。

3、工业用氢氧化钠，应满足 GB 209 的要求。

4、工业氯化铁，应满足 GB/T 1621 的要求。

5、工业氯化亚铁，应满足 HG/T 4200 的要求。

6、十二烷基苯磺酸钠，应达到化学纯。

7、草酸钠，应满足 GB/T 1289 的要求。

8、硫酸，应满足 GB/T 534 的要求。

（六）仪器

1、PVDF 中空纤维绿膜反应器，设备构造示意图。

2、酸度计，分辨率应不低于 0.01，范围应为 0~14。

3、计量泵，流量可调节，稳定性精度应不超过±1%。

4、超声波洗涤器，频率范围应为 40kHz~80kHz。

5、真空干燥箱，控温范围应为 50℃~200℃，恒温波动度±1℃。

（七）制备步骤

1、反应原料的配制，主要包括 Fe³⁺、Fe²⁺、氢氧化钠和十二烷基苯磺酸钠混合溶液的配制。

2、纳米磁性粒子初产品的制备，通过一定的配比使 Fe³⁺和 Fe²⁺在一定的环境体系下反应生成初产品。

3、纳米磁性离子初产品的洗涤、分散、分离和干燥，最终得到含水率不高于 5%的产品。

（八）膜组件的清洗

说明了设备组件的维护清洗方式方法及要求。

七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准、特别是强制性标准的协调性

目前国内还没有对这种新工艺纳米磁性无损检测材料的制备方法进行相关的管理规定，严重的制约了生产现场的管理。本标准从仪器设备、制备步骤及设备维护等专业技术角度对其管理进行了规范化要求，提高其现场使用及管理能力和水平，为其不断向前发展提供重要条件。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在起草过程中无重大意见分歧。

九、贯彻本标准的要求和措施建议

本标准实施后，标准起草单位可会同珠海市机电工程师学会组织珠海市机电行业企事业单位，对本标准进行宣贯，推荐各单位在人才管理过程中使用，扩大标准的影响力和使用范围。

《纳米磁性无损检测材料制备方法及设备》起草小组

2022年10月25日