

团 体 标 准

T/ZAMEE XXXX—XXXX

纳米磁性无损检测材料制备方法及设备

Preparation method and equipment of nano magnetic nondestructive testing materials

草案版次选择

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

珠海市机电工程师学会 发 布

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。

本文件由珠海市淘淘科技有限公司提出。

本文件由珠海市机电工程师学会归口。

本文件起草单位：珠海市淘淘科技有限公司、宜春市特种设备监督检验中心、广东省特种设备检测研究院珠海检测院、北京理工大学珠海学院。

本文件主要起草人：朱小兵、王磊、黄存忆、孙茜、焦坤、崔靖昀、谢惠筠、陈雪良、陈炜美。

纳米磁性无损检测材料制备方法及设备

1 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。

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 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

3 术语和定义

GB/T 19619-2004和GB/T 20737界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

膜技术 **membrane technology**

用膜的选择性分离实现料液不同组分的分离、纯化、浓缩的技术。

3.2

化学共沉淀法 **chemical coprecipitation method**

在溶液状态下将不同化学成分的物质混合，在混合液中加入沉淀剂制备相应固体颗粒的方法。

3.3

纳米材料 **nanomaterial**

物质结构在三维空间中至少有一维处于纳米尺寸尺度，或由纳米结构单位构成的具有特殊性质的材料。

[来源：GB/T 19619-2004，3.1.3]

3.4

无损检测 **nondestructive testing**

在不损害检测对象的前提下，以物理或化学方法为手段，借助相应的设备器材，按照规定的技术要求，对检测对象的内部及表面结构、性质或状态进行检查或测试，并对结果进行分析和评价。

[来源：NB/T 47013.1-2015，3.1]

4 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。

5 试剂和材料

5.1 试剂和水

本文件所用试剂，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。

5.2 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。

5.3 工业用氢氧化钠

应满足GB 209的要求。

5.4 工业氯化铁

应满足GB/T 1621的要求。

5.5 工业氯化亚铁

应满足HG/T 4200的要求。

5.6 十二烷基苯磺酸钠

应达到化学纯。

5.7 草酸钠

应满足GB/T 1289的要求。

5.8 硫酸

应满足GB/T 534的要求。

5.9 PVDF 中空纤维微滤膜

应满足HY/T 061的要求。

6 仪器

6.1 PVDF 中空纤维微滤膜反应器

反应器应能连续制备，膜组件应能更换。设备构造图见图1。

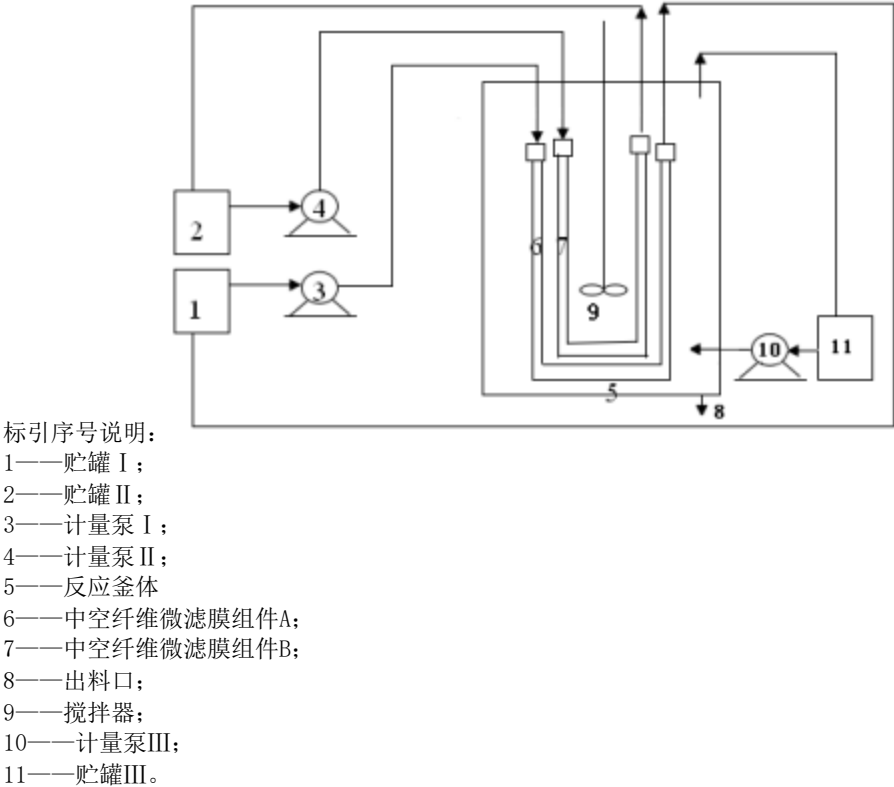


图 1 PVDF 中空纤维微滤膜反应器

6.2 酸度计

分辨率应不低于0.01，范围应为0~14。

6.3 计量泵

流量可调节，稳定性精度应不超过±1%。

6.4 超声波洗涤器

频率范围应为40kHz~80kHz。

6.5 真空干燥箱

控温范围应为50℃~200℃，恒温波动度±1℃。

7 制备步骤

7.1 反应原料的配制

7.1.1 Fe³⁺溶液的配制

称取氯化铁，配置成浓度在2mol/L~3mol/L的溶液。

7.1.2 Fe²⁺溶液的配制

称取氯化亚铁，配置成浓度在2mol/L~3mol/L的溶液。

7.1.3 氢氧化钠和十二烷基苯磺酸钠混合溶液的配制

称取一定量的氢氧化钠和十二烷基苯磺酸钠，用除盐水配置成混合溶液，使氢氧化钠和十二烷基苯磺酸钠的物质的量之比在1：0.002至1：0.01之间。

7.2 纳米磁性粒子初产品的制备

- 7.2.1 将配制好的 Fe^{2+} 溶液装入储罐 I。
- 7.2.2 将配制好的 Fe^{3+} 溶液装入储罐 II。
- 7.2.3 将配制好的氢氧化钠和十二烷基苯磺酸钠混合溶液装入储罐 III。
- 7.2.4 根据 Fe^{2+} 溶液、 Fe^{3+} 溶液的浓度计算计量泵 I、II 的流量比，控制体系中 $\text{Fe}^{2+}:\text{Fe}^{3+}$ 比在 1:1~3:2，同时开启计量泵 III，控制氢氧化钠和十二烷基苯磺酸钠混合溶液的流量，使反应体系后的 pH 值维持 10.4~11.0。
- 7.2.5 储罐 I 中的 Fe^{2+} 溶液、储罐 II 中的 Fe^{3+} 溶液分别通过计量泵 I、计量泵 II 进入 PVDF 中空纤维微滤膜反应器，并分别透过反应器的中空纤维微滤膜组件 A 和中空纤维微滤膜组件 B。储罐 III 中的氢氧化钠和十二烷基苯磺酸钠混合溶液通过计量泵 III 进入反应器。
- 7.2.6 Fe^{2+} 溶液、 Fe^{3+} 溶液在中空纤维微滤膜组件 A 和中空纤维微滤膜组件 B 的 PVDF 膜作用下充分混合，并与氢氧化钠与十二烷基苯磺酸钠混合溶液发生反应。
- 7.2.7 透过 PVDF 膜的表面活性剂对超顺磁四氧化三铁纳米粒子起到分散作用，生成分散性较好的纳米四氧化三铁的初产品。

7.3 纳米磁性粒子初产品的洗涤、分散、分离和干燥

- 7.3.1 得到初产品后，将制得的初产品在 40℃~60℃下水浴晶化 40min。
- 7.3.2 初产品用磁铁分离，再用去离子水洗涤数次，至洗出液 pH 值为 6.5~7.5。
- 7.3.3 洗涤后的初产品与水的混合液超声震荡分散 15min~20min，进行固液分离。
- 7.3.4 将分离得到的固体产品在真空干燥箱内 50℃~60℃下干燥，产品含水率不高于 5%。

8 膜组件的清洗

- 8.1 中空纤维微滤膜的膜通量低于 60% 时，对中空纤维微滤膜组件在体积比为 1:1 的 0.2mol/L 草酸钠和 0.2mol/L 硫酸混合溶液中浸泡、循环 30min，进行清洗。
 - 8.2 配制 pH 值为 1.5~2 的硫酸溶液，对中空纤维微滤膜组件浸泡 10min~15min，用蒸馏水清洗 3 次。
 - 8.3 清洗后膜通量恢复 90% 以上合格。
-