

黑龙江省地方标准化指导性技术文件

DB 23/Z XXXX—XXXX

纳米胶体软磁性材料典型计量特性 测量规范

（征求意见稿）

联系人：迟佳龙

起草单位：黑龙江省科学院高技术研究院

联系电话：18846815590

电子邮箱：18630738@qq.com

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

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。

本文件由黑龙江省科学院高技术研究院提出。

本文件由黑龙江省市场监督管理局归口。

本文件起草单位：黑龙江省科学院高技术研究院、黑龙江省标准化研究院。

本文件主要起草人： 。

纳米胶体软磁性材料典型计量特性测量规范

1 范围

本文件规定了纳米胶体软磁性材料的典型计量特性的测量方法，包括饱和磁化强度、超顺磁性、剪切粘度、热稳定性、比重、抗沉降性等。

本文件适用于1 nm ~ 100 nm粒径范围内的纳米胶体软磁性材料典型计量特性的测量。亚微米级的纳米胶体软磁性材料也可参照执行。

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 30544.4-2019 纳米科技 术语 第4部分：纳米结构材料
GB/Z 27427-2022 实验室仪器设备管理指南

3 术语和定义

GB/T 30544.4-2019 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

纳米胶体软磁性材料

具有胶体特征和超顺磁性的液态纳米复合材料。

3.2

饱和磁化强度

纳米胶体软磁性材料在外加磁场H中被磁化时所能够达到的最大磁化强度。

注1：饱和磁化强度仅适用于纳米胶体软磁性材料中磁性颗粒。

注2：报告饱和磁化强度、所施加的磁化场和测量温度。

3.3

超顺磁性

纳米胶体软磁性材料中纳米磁性颗粒小于临界尺寸时具有单畴结构的铁磁物质，在温度低于居里温度且高于转变温度时表现为顺磁性特点，但在外磁场作用下其顺磁性磁化率远高于一般顺磁材料的磁化率，超顺磁性由矫顽力表示。

3.4

剪切粘度

纳米胶体软磁性材料稳流状态下剪切应力与剪切速率之比。

注1：有时被称为动力粘度系数，或简单的粘度。

注2：报告剪切粘度的测量温度。

3.5

热稳定性

纳米胶体软磁性材料一段时间内在一定温度下的挥发损失量。

注：有时又称为耐高温性或挥发损失量。

3.6

比重

纳米胶体软磁性材料(完全密实状态)的密度与在标准大气压,与3.98 °C时纯H₂O下的密度(999.972 kg/m³)的比值。

3.7

磁场抗沉降性

纳米胶体软磁性材料在一定磁场环境中经过一段时间的磁性颗粒的分散稳定性。

4 一般要求

4.1 试剂要求

除特殊要求,实验室试剂均为分析纯。

4.2 设备

除特殊要求,实验室设备应符合GB/Z 27427-2022。

4.3 样品的准备

进行各项测试之前,应将纳米胶体软磁性材料样品应该在离心机中以5000 r/min的速度,离心30 min后,取上层清液,采用≥200目滤布过滤后,立即进行各项测试。

5 饱和磁化强度和超顺磁性

5.1 测定方法

参考GB/Z 26082-2010 给出的方法进行测定。

5.2 样品制备

5.2.1 把胶体材料滴加到棉花中,然后把含有纳米胶体软磁性材料的棉花封装在磁化率很小的特定胶囊中压紧并密封。

5.2.2 测量中使磁场平行于轴心。纳米材料数量的多少直接影响到测量的准确度。

5.2.3 应综合考虑环境温度、测量仪器的尺度、量程、测量准确度及纳米材料具体数量来进行测量。

注：测量结果是一个宏观量,具有统计平均的意义,并且与纳米颗粒的平均尺度及相应的尺度分布有关。

5.3 样品测量

测量纳米胶体软磁性材料质量磁化率或摩尔磁化率。测量被测物质的磁矩在给定磁场下随温度的变化,可以用来确定被测物质的属性,如顺磁性、抗磁性、铁磁性、反铁磁性、亚铁磁性、超顺磁性、超导性等,导出磁化率(磁矩)与温度的函数关系。确定材料的特征温度,如临界温度、相变温度、居里温度与尼尔温

度等。测量被测物质的磁矩在给定温度下随磁场的变化,可以用来确定被测物质的性能参数,如矫顽力、磁滞损耗、超导临界磁场、与磁化曲线等。具体的直流磁化率计算根据其样品的质量、体积、质量密度及相对分子质量计算完成。

5.4 测量仪器

5.4.1 振动样品磁强计(VSM)是利用样品在探测线圈内上下作周期性高频振动,使探测线圈中的磁通量产生周期性变化,从而生成出感应电动势。该电动势信号与磁矩成比例。振动样品磁强计的微分精度通常比超导量子干涉器磁强计的精度大一个数量级。

5.4.2 分析天平的准确度好于 0.5%,灵敏度为 0.0001 g 的电子天平。

5.5 测量步骤计算结果

称取1 g ±0.1%左右的纳米胶体软磁性材料,放置到测试器皿中进行测量。测量通常由计算机控制下的仪表进行数据采集。数据由计算机保存,数据文件应包括:文件名、测量时间、样品特性、样品尺寸、测量温度、测量结果等相关测量条件。

测量步骤如下:

- a) 样品封装,封装时注意不要用铁磁性工具操作,不要有任何可能的人为污染。纳米胶体软磁性材料应用磁化率低于 10⁻⁷ emu 的材料进行封装定位,并注意封装的对称性;
- b) 检查实验室的温度是否满足 27 °C ± 1 °C;
- c) 检查实验室的湿度是否在 70% 以下;
- d) 检查磁强计剩场:通常利用振荡模式退场后,磁体剩场小于 5 GS,磁强计的剩场可以利用高斯计来确定或利用标准样品进行曲线比对分析,如果异常,应考虑:
 - 1) 对磁体的屏蔽合金进行退磁;
 - 2) 对磁体进行重置;
- e) 检查样品腔的密封状况及样品安装过程是否规范:若有样品腔有空隙导致样品上下振动,会在 40 K~60 K 测量范围内发现顺磁峰(氧峰)。需要排除异常后才能继续测量;
- f) 检查试验磁强计及线路是否有良好电磁环境屏蔽;
- g) 检查磁强计预备待测条件是否完备;
- h) 按仪器操作程序规程安装样品于恰当的测量位置;
- i) 按测量需求编写测量程序;
- j) 检查测量程序;
- k) 确定上述步骤无误后,启动测量;
- l) 测量后,确定测量无误后,书写试验报告。

通过电脑直接绘制出磁化曲线和磁滞回线。得到磁化强度(Ms):在磁化曲线和磁滞回线中直接读出矫顽力数值。结果保留三位小数,矫顽力的单位为安每米(A/m),饱和磁化强度按照公式(1)计算:

$$B = 4 \times \pi \times Ms \cdots \cdots \cdots (1)$$

式中:

B——饱和磁化强度,单位为 GS;

Ms——磁化强度,单位为 emu/g;

注:计算出3次平行测定结果的算术平均值和标准偏差,结果精确至0.1 GS。

6 剪切粘度

6.1 测定方法

参考GB/T 5561-2012 给出的方法进行测定。

6.2 样品制备

取一份纳米胶体软磁性材料静置在测量容器中，调节测试所选的温度，静置≥24h 后，保证完全没有气泡。

6.3 测试原理

粘度是表示流体内部相对运动时产生的阻力，采用带有同轴圆筒测量系统的旋转式粘度计测定流体性质时，转筒在流体中旋转受到阻力产生反作用，并给出一个读数，此数值与转筒所受运动阻力成正比，刻度读数乘上转筒因子就表示流体粘度的量值。用不同的剪切速率重复测定，作“剪切速率-粘度” (剪切应力-粘度) 曲线，或“剪切应力-剪切速率” 曲线表述流体性质。

6.4 测量仪器

使用旋转粘度计测定剪切粘度，旋转粘度计是一种带有同轴圆筒测量系统的旋转式粘度计。

6.5 测量步骤

将同轴测量筒放入装有纳米胶体软磁性材料的测量容器中，开启仪器，待指针稳定后，读出指示数值，得到粘度。对同一样品多测量几次，并用不同的剪切速率重复测定，粘度数值精确到 10 mPa s。

注：读出3次结果的算术平均值和标准偏差，结果精确至10 mPa s。

7 热稳定性

7.1 检测原理

在一定温度下和一段时间内，单位面积上，纳米胶体软磁性材料的挥发损失量。

7.2 实验仪器和设备

- 7.2.1 分析天平：精度 0.001 g。
- 7.2.2 恒温鼓风干燥箱：精度 1 °C。
- 7.2.3 玻璃称量瓶：规格 25 mm×25 mm。

7.3 测量步骤和结果计算

在室温条件下，将空称量瓶称重 (M₀)，倒入纳米胶体软磁性材料至称量瓶二分之一处，称取总重 (M₁)，将装有纳米胶体软磁性材料的称量瓶放入恒温鼓风干燥箱，经过一定时间 (n) 后，将装有纳米胶体软磁性材料的称量瓶取出放至室温后，称重 (M_n)，纳米胶体软磁性材料的挥发损失量按照公式 (2) 计算：

$$H = \frac{(M_1 - M_n) - M_0}{\left(\frac{D}{2}\right)^2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：
H——挥发损失量，单位为gm/cm²；
D——称量瓶内部直径，单位为cm²；
M₀——称量瓶空重，单位为g；
M₁——称量瓶和空重纳米胶体软磁性材料总重，单位为g；
M_n——加热一段时间后的称量瓶和空重纳米胶体软磁性材料总重，单位为g。
注：计算出3次平行测定结果的算术平均值和标准偏差，结果精确至0.1 gm/cm²。

8 比重

8.1 测定方法

参考GB/T 13377-2010 给出的方法进行测定。

8.2 测量原理

在25 °C时，纳米胶体软磁性材料的密度与标准水的密度的比值。

8.3 仪器设备

- 8.3.1 精度为 0.0001 g 的分析天平。
- 8.3.2 毛细管塞比重瓶 25 ml 或 50 ml。

8.4 校准毛细管塞比重瓶体积

取一个干净的毛细管塞比重瓶，用表面活性洗涤液彻底清洗比重瓶和塞子，用蒸馏水仔细冲洗，然后用一种溶于水的挥发性溶剂(例如丙酮)干燥。必要时使用经过滤的干燥空气吹干，确保没有任何的微量水分。每当比重瓶要进行校准和比重瓶内壁或毛细管挂水珠时，执行上述清洗。调整测试温度为25 °C，在此温度下，将毛细管塞比重瓶和蒸馏水静置24 h，后测量校准。

将蒸馏水缓慢倒入比重瓶中，牢牢地塞上预先处于试验温度的毛细管塞，注意塞子下面不要压入空气泡。在塞上塞子前，要有足够的时间使空气泡升到液面上，确保液体中没有气泡是非常重要的。擦去塞子顶上的多余液体，使毛细管中液体在塞顶形成弯月面。用一块清洁的无毛布擦去比重瓶外壁的水和微量的试样，消除静电，然后称重、测量校准。体积（V_校）按照公式（3）计算：

$$V_{校} = \frac{M_{总}-M_{空}}{\rho} \dots\dots\dots (3)$$

式中：V_校——毛细管塞比重瓶校准后的体积；
M_总——毛细管塞比重瓶和水的总重量；
M_空——毛细管塞比重瓶的重量；
ρ——标准25℃水的密度；

注1：体积精确到0.01 ml；
注2：反复操作3次求平均值。

8.5 准备比重瓶和样品

将校好的毛细管塞比重瓶洗净烘干，调节测试温度至25℃，毛细管塞比重瓶和取一份纳米胶体软磁性材料静置，≥24 h后，进行测量。

8.6 测量步骤和计算结果

将纳米胶体软磁性材料缓慢倒入比重瓶中，塞紧预先处于试验温度的毛细管塞，注意塞子下面不要压入空气泡。在塞上塞子前，要有足够的时间使空气泡升到液面上，确保液体中没有气泡。擦去塞子顶上的多余液体使毛细管中液体在塞顶形成弯月面。用一块清洁的无毛布擦去比重瓶外壁的水和微量的试样，消除静电，然后称重、测量纳米胶体软磁性材料比重。比重（B）按照公式（4）计算：

$$B = \frac{(M_{总} - M_{空})}{V} \div \rho \dots\dots\dots (4)$$

式中：V ——毛细管塞比重瓶校准后的体积；
M_总——毛细管塞比重瓶和纳米胶体软磁性材料的总重量；
M_空——毛细管塞比重瓶的重量；
ρ ——标准25℃水的密度；

注1：比重精确到0.01 g/cm³；
注2：反复操作3次求平均值；
注3：可以更换不同体积的比重瓶，进行平行测量。

9 抗沉降性

9.1 检测原理

将纳米胶体软磁性材料静置在磁场环境中一段时间，随着磁场力的作用下，纳米胶体软磁性材料中的磁性微粒随着磁场力的方向移动，纳米胶体软磁性材料的比重就会产生变化量。多次测量变化量并绘制曲线查看抗沉降性。

9.2 实验仪器和设备

- 9.2.1 无尘干燥仓。
- 9.2.2 可以密封的玻璃容器。
- 9.2.3 永磁铁。

9.3 测量步骤和计算结果

纳米胶体软磁性材料取一份按照8.6测试其比重（B₀），将其余纳米胶体软磁性材料用玻璃容器装载并密封，放置在永磁铁上并置于无尘干燥箱中于室温下静置，经过一段时间（n），再次测试按照8.6比重（B_n），并按照公式（5）计算（B_c）。反复操作以上过程多次，并时间（n）为横坐标绘制曲线。

$$B_c = B_0 - B_n \dots\dots\dots (5)$$

式中：
B₀——初始比重，单位为g/cm³；
B_n——初始比重，单位为g/cm³；
B_c——差值比重，单位为g/cm³；

注1：永磁铁的面积应大于玻璃容器的底部面积，并且纳米胶体软磁性材料的高度应不超过10 cm；
注2：计算出3次平行测定结果的算术平均值和标准偏差，结果精确至0.01 g/cm³；
注3：时间n应根据纳米胶体软磁性材料的粘度设置为小时、天、月。

参 考 文 献

- [1] GB/T 5561-2012 表面活性剂 用旋转式粘度计测定粘度和流动性质的方法。
 - [2] GB/T 13888-2009 在开磁路中测量磁性材料矫顽力的方法。
 - [3] GB/T 13377-2010 原油和液体或固体石油产品 密度或相对密度的测定 毛细管塞比重瓶和带刻度 双毛细管比重瓶法。
 - [4] GB/Z 26082-2010 纳米材料直流磁化率（磁矩）测量方法。
-