



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX—XXXX

## 无机化工产品中 磁性金属颗粒数的测定方法

Method for determining the number of magnetic metal particles  
in inorganic chemical products

(征求意见稿)

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

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 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。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）归口。

本文件起草单位：等。

本文件主要起草人：。

# 无机化工产品中磁性金属颗粒数的测定方法

## 1 范围

本文件描述了无机化工产品中磁性金属颗粒数的测定方法，包括原理、试剂和材料、仪器设备、试验条件、试验步骤、试验数据处理、精密度。

本文件适用于无机化工产品中磁性金属颗粒数的测定。测定范围5 pcs/Kg~800 pcs/Kg。

## 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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 25915.1—2021 洁净室及相关受控环境 第1部分：按粒子浓度划分空气洁净度等级

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 3.1

**颗粒标块** particle standard

带有经校验过颗粒尺寸的标准颗粒，可用于对光学分析系统的检测和校验。

### 3.2

**颗粒尺寸** partical size

颗粒尺寸用颗粒长度表示，颗粒的长度用最大费雷特直径表示。

## 4 原理

在符合ISO 8级要求的洁净房间中，将试料分散于分散剂中，通过套有热缩套管的磁棒吸附富集试样中的可磁化磁性金属颗粒，将磁棒从热缩管中分离后，将套管上的可磁化磁性金属颗粒通过滤膜抽滤收集，于清洁度测试仪上扫描并分析，仪器自动识别金属、非金属和纤维，仪器可对颗粒的尺寸、数量进行统计计算。

## 5 试剂和材料

## 5.1 一般规定

本文件所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指优级纯试剂和GB/T 6682—2008表1中规定的一级水。

5.2 盐酸溶液: 1+1。

5.3 水: 已除磁。

5.4 陶瓷剪刀或陶瓷小刀。

5.5 搅拌桶: 容积 10 L (塑料), 直径 246 mm, 高度 325 mm, 内部无刮痕、凹槽。

5.6 热缩套管: 直径 25 mm, 壁厚 0.31 mm, 宽 41 mm。

5.7 封口膜: PE 断点式保鲜膜 20 cm×10 cm。

5.8 滤膜: 孔径 5 μm, 直径 47 mm。

5.9 载物片: 70 mm×70 mm。

5.10 提取磁棒: Φ24 mm\*240 mm, 磁感应强度 6000 Gs±1000 Gs。

5.11 富集磁块: Φ24 mm\*24 mm, 磁感应强度 6000 Gs±1000 Gs。

5.12 除磁磁棒: Φ24 mm\*240 mm, 磁感应强度 12000 Gs±1000 Gs。

5.13 颗粒标块。

## 6 仪器设备

6.1 对辊机。

6.2 真空泵。

6.3 微孔滤膜过滤器。

6.4 烘箱: 自然对流。

6.5 超声波清洗器。

6.6 热封机。

6.7 清洁度测试仪。

6.8 电子秤: 精确至 0.01 g。

## 7 试验条件

试验应在洁净度符合ISO 8级要求的洁净房间中进行。

## 8 试验步骤

### 8.1 样品前处理

团聚或结块产品需要破碎或研磨后测定。

8.2 纯水除磁：向洁净的搅拌桶中加  $5\text{ L}\pm 0.2\text{ L}$  或  $6\text{ L}\pm 0.2\text{ L}$  水，放入一根  $12000\text{ Gs}$  的除磁磁棒，盖上桶盖，拧紧压杆，放入对辊机中，设置对辊机转速  $250\text{ rpm}$ （搅拌桶转速  $60\text{ rpm}$ ），时间  $5\text{ min}$ 。搅拌完，卸下压杆，对双手、身体、桶盖表面和边缘除磁（用磁棒在桶盖表面和边缘转动三圈除磁），再打开桶盖，取出桶内磁棒，盖上桶盖。

8.3 磁棒热封：用除磁磁棒对双手、身体、桌面、陶瓷剪刀及自封袋内外两面除磁。剪下一截长  $260\text{ mm}\sim 290\text{ mm}$  的热缩管，用热封机封住热缩管一端。待指示灯灭后按住不动  $10\text{ s}$ ，取出，冷却  $3\text{ s}$  左右，正反热封不少于 3 次，保证热缩管封口完全密封。用除磁磁棒对热缩管表面除磁，将其放进自封袋内，隔自封袋握住热缩管，套入一根  $6000\text{ Gs}$  提取磁棒，再将热缩管另一端封口备用。

8.4 加样品：将搅拌桶连同桶盖放在电子秤上，用除磁磁棒给桶盖表面、边缘及陶瓷剪刀除磁，除去外层样品袋，对内层样品袋消磁并剪开，揭开桶盖。加入  $1\text{ kg}\pm 0.05\text{ kg}$  样品，然后将封好的磁棒放进搅拌桶内，盖上桶盖，拧紧压杆。

8.5 提取磁性颗粒：将搅拌桶放在对辊机上搅拌，对辊机转速  $250\text{ rpm}$ ，时间  $15\text{ min}$ ，转动结束后，取下搅拌桶，卸下压杆，对双手、身体、桶盖及边缘除磁，打开桶盖，将富集磁性颗粒的提取磁棒从搅拌桶中取出。用水将提取磁棒上的磁性颗粒冲洗到另一个装有除磁水的桶中，冲洗至磁棒表面无样品，将磁棒放进桶内，盖上桶盖。该步骤过程重复 3 次。

8.6 收集磁性颗粒：将提取 3 次之后的搅拌桶取下，用除磁磁棒对双手、身体、桶盖及边缘除磁，用手提住热缩套管顶端无磁棒区域取出磁棒，放进  $500\text{ mL}$  烧杯中。用洗瓶将热缩管上部磁性颗粒完全冲洗至烧杯中，陶瓷剪刀除磁后，剪开热缩套管一端，开口处两端剪开，弯下热缩套管，将磁棒快速抽出。用洗瓶由上至下呈 Z 字型冲洗热缩套管，正反两面各冲洗三次以上，收集液体总量约  $200\text{ ml}$ 。必要时用封口膜密封烧杯口，放入超声波清洗器中超声至磁性金属颗粒完全分散。

8.7 富集：超声后用富集磁块在烧杯底部顺时针由外向内 3 圈吸附，逆时针由外向内 3 圈吸附，每次吸附时间不少于  $10\text{ s}$ 。富集磁块固定在烧杯底部中心，倾斜倒出溶液，用洗瓶将富集磁块吸附位置以外部分冲洗干净。至少重复 3 次。

8.8 酸洗：用量筒向烧杯中加  $15\text{ mL}\pm 2\text{ mL}$  盐酸溶液，用封口膜密封烧杯口，放在超声波清洗器中超声  $2\text{ min}$ 。超声完立即向烧杯中加  $50\text{ mL}$  水，并用洗瓶冲洗烧杯内壁一圈，将超声时溅至烧杯壁上的磁性金属颗粒冲洗至烧杯中。用富集磁块在烧杯底部顺时针由外向内 3 圈吸附，逆时针由外向内 3 圈吸附，每次吸附时间不少于  $10\text{ s}$ 。富集磁块固定在烧杯底部中心，倾斜倒出溶液，用洗瓶将富集磁块吸附位置以外部分冲洗干净。至少重复 3 次。然后向烧杯中加  $100\text{ mL}$  水，封好封口膜待抽滤。

8.9 抽滤：用除磁后的镊子取一张洁净滤膜放在石英滤芯上，滤膜放置平整无褶皱。将烧杯内的水和磁性提取物倒入微孔滤膜过滤器中，并用洗瓶冲洗烧杯壁，保证提取的磁性物质全部分散在滤膜上。

8.10 膜片装载：将抽滤后的滤膜平移至除过磁的培养皿内，盖上表面皿放入  $40\text{ }^\circ\text{C}$  烘箱，烘  $15\text{ min}$ 。将烘干后的滤膜固定在载物片后等待上机测试。

8.11 仪器校准：将颗粒标块放在清洁度测试仪上，选择颗粒标块参数进行测量，结果符合颗粒标块标准值。

8.12 上机测试：按照清洁度测试仪的操作步骤对设备进行调试校准后，放入膜片进行数据采集并生成测试报告。

注：透明均匀稳定溶液按8.9~8.13测定。

### 8.13 空白试验

同时同样做空白试验。

## 9 试验数据处理

试样中磁性金属颗粒数以  $n$  计，数值以颗每千克 (pcs/kg) 表示，按公式 (1) 计算：

$$n = \frac{0.5 \times N_1 + N_2 - N_0}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$N_1$ ——颗粒尺寸在 25  $\mu\text{m}$ ~ 100  $\mu\text{m}$  的磁性金属颗粒数的数值，单位为颗 (pcs)；

$N_2$ ——颗粒尺寸在大于 100  $\mu\text{m}$  的磁性金属颗粒数的数值，单位为颗 (pcs)；

$N_0$ ——空白试验的磁性金属颗粒数的数值，单位为颗 (pcs)；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为千克 (kg)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。测定结果表示至整数位，数据修约按 GB/T 8170 的规定进行。

## 10 提取率

提取率以质量分数  $w$  计，按公式 (2) 计算：

$$w = \frac{n}{n + n_1} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$n$ ——试样中的磁性金属颗粒数的数值，单位为颗 (pcs)；

$n_1$ ——二次提取得到的磁性金属颗粒数的数值，单位为颗 (pcs)。公式按 (1) 计算。

注：二次提取：使用8.6条提取后的浆料，使用新的6000 Gs提取磁棒在原搅拌桶中再次提取，具体步骤8.5条~8.12条，得到二次提取的磁性金属颗粒。此步骤不是常规试验操作，仅用于计算提取率。提取率不小于85%。

## 11 富集率

富集率以质量分数R计，按公式（3）计算：

$$R = \frac{A}{A + n_2} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$A$ ——首次富集得到的磁性金属颗粒数的数值，单位为颗（pcs）；

$n_2$ ——二次富集得到的磁性金属颗粒数的数值，单位为颗（pcs）。公式按（1）计算。

**注：**二次富集：使用 8.7 条富集后的浆料，使用 6000 Gs 富集磁块按照 8.7~8.13 条，得到二次富集的磁性金属颗粒。此步骤不是常规试验操作，仅用于计算富集率。富集率不小于 90%。

## 12 精密度

精密度用相对标准偏差（RSD）表示。取同一样品（同一滤膜）平行测定至少7次，计算相对标准偏差。

相对标准偏差（RSD）按公式（4）计算：

$$RSD = \frac{1}{\bar{x}} \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$x_i$ ——第  $i$  次测定值；

$\bar{x}$ —— $n$  次测定值的平均值；

$n$ ——测定次数。