

高密度煤油基磁性液体的制备及其性能表征

韩世达, 崔红超, 张佳佳, 李振坤

(北京交通大学 机械与电子控制工程学院, 北京 100044)

摘要: 采用化学共沉淀法, 通过改变 Fe_3O_4 纳米颗粒的生长温度、包覆环境 pH、清洗、分散方式等工艺参数进行对比试验, 得出 Fe_3O_4 纳米颗粒在生长阶段、包覆阶段、分散阶段的最佳参数条件, 优化以往的制备工艺, 使油酸包覆的磁性颗粒在煤油中的分散稳定性得到提高。通过 XRD、TEM、VSM 等对样品进行表征, 并使用旋转流变仪对所制煤油基磁性液体的流变性能进行分析。结果表明, 改性后的 Fe_3O_4 纳米颗粒平均粒径约为 14 nm, 呈现较为规则的球形, 饱和磁化强度为 $60 (\text{A m}^2) \text{kg}^{-1}$, 可制备出质量分数可达 60% 的高密度煤油基磁性液体, 与普通磁液相比, 以此制备工艺得的高密度煤油基磁性液体在饱和磁化强度、抗氧化性等方面皆有较大提升, 拥有更高的应用价值。

关键词: 磁性液体; Fe_3O_4 纳米颗粒; 制备方法; 磁饱和强度

中图分类号: TB34

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)03-1113-07

磁性液体是人工合成的新型纳米级功能材料, 是由 8~15 nm 的磁性颗粒借助表面活性剂的作用, 均匀分散在基载液中所形成的胶体溶液, 在重力场或磁场作用下可依旧维持稳定体系^[1]。20 世纪 60 年代初期, 美国 NASA 为了解决宇航服的密封问题, 首次制备出可应用于实际工况中, 稳定悬浮的磁性液体, 在磁性液体制备技术上有着里程碑的意义, 并开启了以美国为首的世界各国对磁性液体研究探索的大门^[2]。到目前为止, 像美国斯坦福大学^[3], 中国清华大学^[4]、北京交通大学^[5]、北京科技大学^[6], 韩国仁荷大学, 日本磁性流体技术株式会社等国内外众多高校、公司、研究所对磁性液体的制备、应用等领域进行着不懈努力的探索, 已能够制备出水基、油基等多种磁性液体, 可应用于机械、电子、航空航天等领域, 并在生物医药、化工、环保、医疗等多个基础领域展现出了巨大的应用潜力^[7-10]。

不同基载液的磁性液体性质各不相同, 可大致分为水基、油基、金属基磁性液体^[11]。水基磁性液体具有无毒、无污染且与生物相容性好的特性, 但与部分有机物的相容性不理想, 在一定程度上限制了其应用范围; 金属基磁性液体具有金属元素特性, 但制备较为复杂, 需要苛刻的条件和特定仪器制备; 相比之下, 油基磁性液体应用范围较广, 制备条件易实现, 现已制备出如煤油基、机油基、硅油基等多种油基磁性液

体, 其中煤油基磁性液体具有价格低廉、易制备的特点, 可应用于油田开采、生物医药、旋转密封、催化剂载体、橡塑助剂、环保等高新技术领域^[12]。

磁性液体的性能极大程度上取决于与磁颗粒质量分数及稳定性, 大多制备的煤油基磁性液体的质量分数在 10%~30%^[13-14], 为了进一步提高煤油基磁性液体的质量分数, 使其拥有更加优异的性能, 拓展其应用范围, 本研究控制温度、pH 等参数对磁性颗粒在生长、包覆、分散阶段进行一系列的探索, 优化制备方法, 制备出质量分数为 60% 的高密度煤油基磁性液体。

1 实验

试剂: $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{FeCl}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 、油酸, 中国医药(集团)上海化学试剂公司; 25%~28% $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、煤油, 上海麦克林生化科技有限公司; 无水乙醇, 北京化工厂, 所有试剂均为分析纯。仪器: LP10002B 电子天平, DZKW-4 电动恒温水浴锅, D-8401-WZ 多动能电动搅拌器, PHS-3C 型 PH 计, DZF-6050AB 真空干燥箱, KQ-250E 超声波清洗器, KM22-PMB2A 行星式球磨机, D8-AdvanceX 射线衍射仪(XRD), SQUID-VSM 高灵敏度磁学测量系统(VSM), JEM-2100 透射电子显微镜(TEM), Q5000IR 热重分析仪(TG), 安东帕旋转流变仪。

反应类型选择为制备工艺简单、反应条件易控制

收稿日期: 2022-03-15

基金项目: 北京市自然科学基金(2222072); 中央高校基本科研业务费(2022JBM032); 载运工具先进制造与测控技术教育部重点实验室(北京交通大学)开放课题基金(M21GY1300050)

作者简介: 韩世达, 男, 1998 年生, 硕士生, 北京交通大学磁性液体研究所, 北京 100044, 电话: 010-51684006, E-mail: 20121294@bjtu.edu.cn

的化学共沉淀法，选择根据反应方程式： $Fe^{2+}+2Fe^{3+}+8OH^{-}\rightarrow Fe_3O_4\downarrow+4H_2O$ ，由于本试验无通入氮气等外界防氧化措施，故 $n(Fe^{3+}):n(Fe^{2+})$ 比例 1.75:1。按比例称取一定量的 $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 和 $FeCl_2 \cdot 7H_2O$ ，溶解于适量去离子水中，恒温搅拌并加入过量氨水至 Fe^{3+} 与 Fe^{2+} 完全反应生成 Fe_3O_4 沉淀，在一定温度下加入适量油酸进行包覆，充分反应一定时间后，利用外加磁场分离磁性颗粒，进行洗涤烘干，加入适量煤油后通过一定分散方式将磁粉稳定悬浮到基载液中，得到煤油基磁性液体。

2 结果与讨论

2.1 磁性颗粒生长阶段温度的影响

在磁颗粒生长过程中，单位时间内生成的晶粒数 N ，即晶粒生成速度为：

$$N = K \exp \left[\frac{-16\pi\sigma^3 M^2}{3R^3 T^3 \rho^2 (\ln S)^2} \right] \quad (1)$$

式中， K 为反应速度常数、 S 为过饱和度、 σ 为液固界面张力、 M 为溶质分子质量、 ρ 为溶质颗粒的密度、 R 为热力学常数、 T 为反应温度。由(1)式可知，晶粒的成核和长大主要受反应温度 T 与过饱和度 S 的影响。对于磁颗粒生成阶段而言，虽然低温条件下有利于晶核的形成，但温度较低，溶质分子能量低，晶核生成速度小，使生成 Fe_3O_4 的沉淀反应难以进行；当温度较高时，虽然有利于晶粒的长大，但溶液的溶解度上

升导致过饱和度下降，引起溶液中分子动能增加过多，使晶粒的稳定性降低，且温度过高有可能导致晶粒生长过大，使磁性颗粒在基载液中的稳定悬浮性降低。故本研究分别在 20、40、60、80 °C 条件下发生共沉淀反应 20 min，并对生成的 Fe_3O_4 磁性颗粒进行了表征，如图 1、图 2 所示，随着温度的升高，磁性颗粒的平均粒径由 8.5 nm 增大到 13.5 nm，饱和磁化强度也由 $57.6 (A \cdot m^2) \cdot kg^{-1}$ 增加到 $64.5 (A \cdot m^2) \cdot kg^{-1}$ ，具体数值如表 1 所示，随着反应温度的升高，磁颗粒的粒径与饱和磁化强度也随之升高。由上可知，粒径过大将会影响颗粒的稳定悬浮性，综合考虑，60 °C 下生成的磁颗粒粒径分布均匀，饱和磁化强度较高，为最佳 Fe_3O_4 颗粒生长温度。

2.2 磁性颗粒包覆阶段温度的影响

分别在 20、40、50、60、70、80 °C 条件下对 Fe_3O_4 磁性颗粒进行包覆，时间均为 1 h。烘干包覆后的磁性颗粒并进行表征，分析包覆温度对磁颗粒的影响，以确定合适的包覆温度。

2.2.1 包覆温度对颗粒外观的影响

图 3 为不同包覆温度的磁粉烘干后的外观。可见，在 Fe_3O_4 颗粒的外观上，基本上没有很大的差别，不同包覆温度下， Fe_3O_4 颗粒烘干后皆成块状，最终颜色基本都为黑色。仔细观察发现，20、40 °C 包覆的磁粉部分略显黄色，初步推测可能因为油酸的包覆不够完全，导致在烘干过程中部分磁粉被氧化；50、60 °C 包覆的磁粉有个别较大的颗粒存在，推测为包覆油酸的

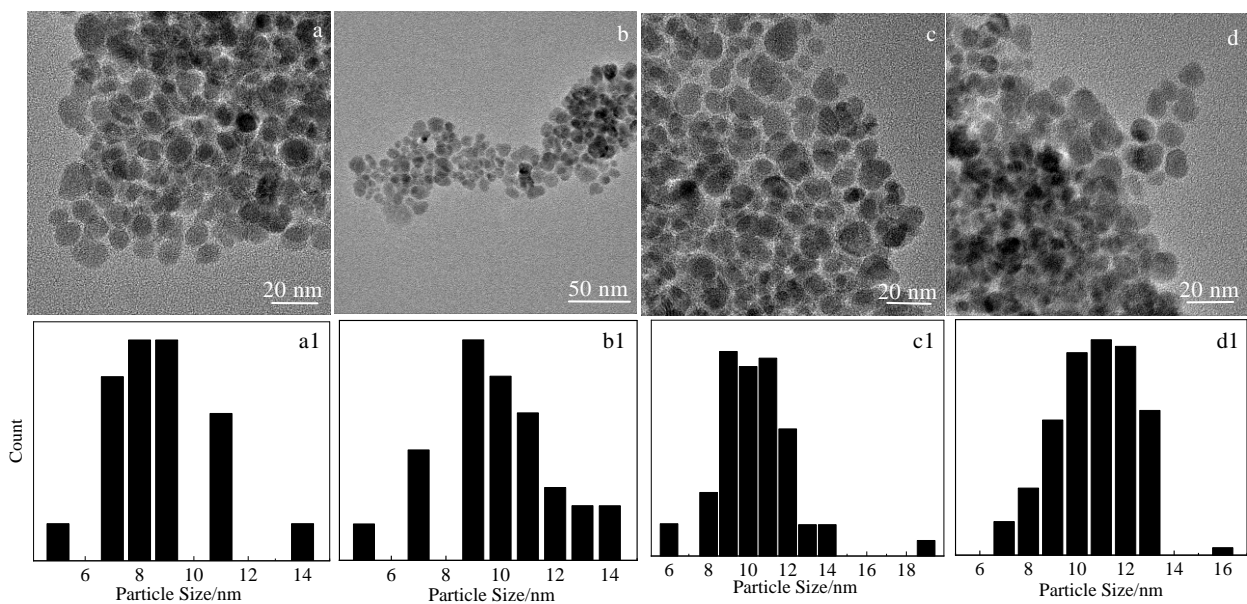


图 1 不同生长温度下 Fe_3O_4 颗粒的 TEM 形貌及粒径分布

Fig.1 TEM morphologies (a-d) and particle size distributions (a1-d1) of Fe_3O_4 particles at different growth temperatures: (a, a1) 20 °C, (b, b1) 40 °C, (c, c1) 60 °C, and (d, d1) 80 °C

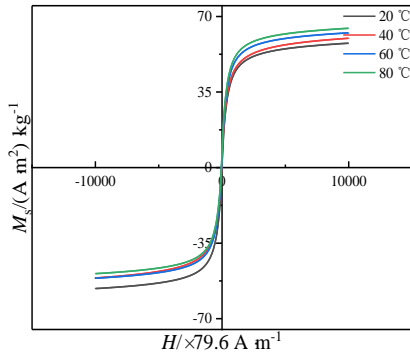


图 2 不同生长温度下 Fe₃O₄ 颗粒的磁滞回线

Fig.2 Hysteresis loops of Fe₃O₄ particles at different growth temperatures

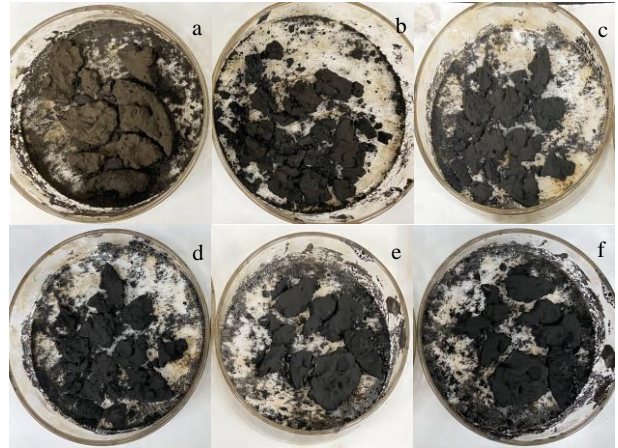


图 3 不同包覆温度下 Fe₃O₄ 颗粒外观图

Fig.3 Appearance diagrams of Fe₃O₄ particles at different coating temperatures: (a) 20 °C, (b) 40 °C, (c) 50 °C, (d) 60 °C, (e) 70 °C, and (f) 80 °C

表 1 不同反应温度下 Fe₃O₄ 颗粒的饱和磁化强度及平均粒径
Table 1 Saturation magnetization and average particle size of Fe₃O₄ particles at different reaction temperatures

Temperature/°C	Average particle size/nm	Magnetization/(A m ²) kg ⁻¹
20	8.5	57.6
40	10	59.9
60	12	62.4
80	13.5	64.5

颗粒粘连在一起，没有很好的分散；70、80 °C 包覆的磁粉颜色呈纯黑色，磁粉较细腻，在研磨时十分松软，分散均匀。

2.2.2 包覆温度对颗粒增重的影响

表面活性剂油酸是否成功包覆在磁粉上，以及包覆量的多少可通过磁颗粒的增重来表示，对包覆温度

分别为 20、40、50、60、70、80 °C 的磁颗粒进行热重分析，所有样品在氮气保护条件下进行测试，其结果如图 4a~4f 所示，通过分析发现，在曲线前端观察到轻微的质量下降，这可能是由于水分蒸发，而显著的质量下降发生在 210~420 °C 之间，这是由于包覆在颗粒外层油酸的分解^[15-16]，6 种包覆温度下磁性颗粒减重分别为 16.88%、17.46%、18.44%、18.79%、19.85%、20.79%，呈现出随着温度的升高，表面活性剂油酸的包覆量也随之增加的趋势。在添加相同油酸的情况下，磁粉的包覆情况不同，原因可能有 2 个：一是因为在低温下，油酸的羧基与磁颗粒表面的羟基发生脱水反应所形成的化学键不够牢固，在反应结束多次清洗磁

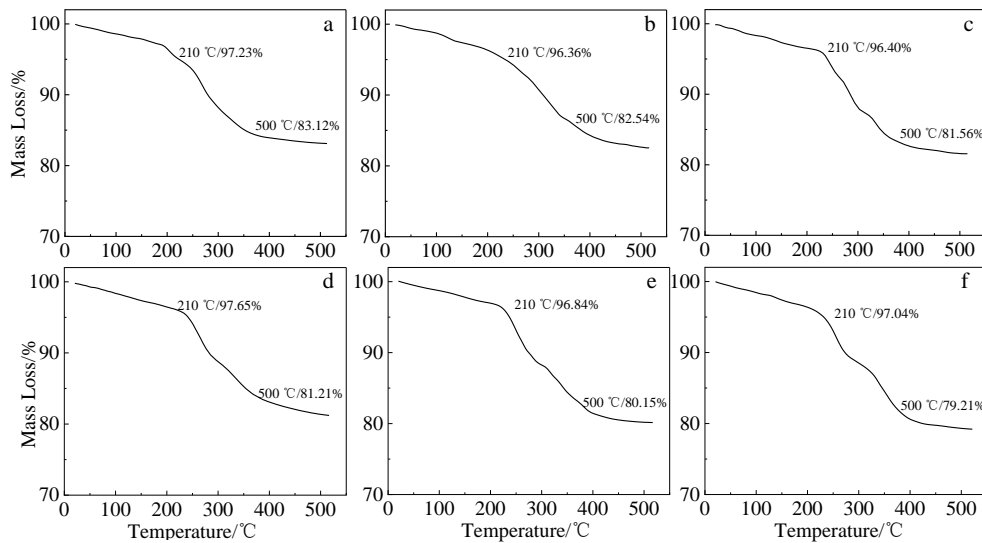


图 4 不同包覆温度下 Fe₃O₄ 颗粒的 TG 曲线

Fig.4 TG curves of Fe₃O₄ particles at different coating temperatures: (a) 20 °C, (b) 40 °C, (c) 50 °C, (d) 60 °C, (e) 70 °C, and (f) 80 °C

粉时，部分化学键被破坏，导致油酸外层的剥落；二是因为温度过低，无法给包覆过程提供足够的能量，导致油酸与磁颗粒无法形成稳定的化学键，只是简单的附着在颗粒表面或者悬浮在溶液中，在清洗磁粉过程中损失部分油酸。因此，在 80 °C 下进行磁颗粒的包覆，有利于油酸在颗粒表面的附着。

由以上表征可以断定，表面活性剂油酸在不同温度下均可对磁性颗粒进行包覆，但不同温度下的包覆效果有所差别，通过外貌比较以及热重分析，判断在温度为 80 °C 时，磁性颗粒可以取得良好的包覆效果。

2.3 磁性颗粒包覆阶段 pH 的影响

Fe₃O₄ 颗粒生成后，通过清洗磁粉或滴加氨水的方式改变包覆阶段 pH 值，分别在 pH 为 7、9、10、11 的环境下进行包覆，并对包覆后的颗粒进行 TEM 表征，如图 5 所示。发现随着 pH 的增大，颗粒聚集现象愈发明显，如图 5c、5d 所示，当 pH=10、11 时，团聚较为严重，图 5a、5b 分别为 pH=7 与 pH=9 时，颗粒团聚较少，但 pH=9 的条件下，包覆后颗粒的平均粒径为 13.4 nm，大于 pH=7 时所包覆颗粒平均粒径 12 nm，说明在弱碱性环境下，更有利于油酸对磁性颗粒的包覆，在颗粒表面形成了更加均匀致密的包覆层。

将在 pH=7, 9, 11 条件下包覆的磁粉制作成磁液，在磁场下静置 4 个月，其结果如图 6 所示，在 pH=7, 11 条件下包覆的磁颗粒所做成的磁液，在底部略有沉降，说明在 pH=7 的条件下，油酸可以附着在颗粒表

面，但是所形成的包覆层不足够致密，导致部分磁性颗粒悬浮稳定性不佳；在 pH=11 条件下，油酸在颗粒表面附着过多，导致颗粒粒径增加，使部分颗粒粘结在一起，形成团聚物，从而无法稳定悬浮在基载液中；而 pH=9 的包覆条件下，磁性颗粒可长时间稳定悬浮在基载液中，未发现沉降现象。综合上文 TEM 的表征分析，说明在 pH=9 的弱碱环境下，表面活性剂油酸对磁性颗粒的包覆最为合适。

2.4 磁性颗粒清洗、分散方式的影响

将在 pH 为弱碱性条件下包覆好的磁性颗粒分别使用乙醇和去离子水进行清洗，以洗去残留杂质，对相同制备条件，不同清洗方式的磁性颗粒进行 VSM 测试，发现磁化强度存在差异，如图 7 所示，图中 a、b 分别为用去离子水和无水乙醇清洗后 Fe₃O₄ 颗粒的磁滞回线，饱和磁化强度分别为 60 和 55 (A·m²)·kg⁻¹，这是因为使用无水乙醇多次反复清洗会使包覆在颗粒表面的油酸发生脱落，破坏油酸对磁性颗粒的包覆，减少了高温烘干过程中油酸外层对磁性颗粒的保护，导致颗粒裸露部分在高温烘干的过程中发生氧化，降低了饱和磁化强度，所以使用去离子水清洗磁粉，并在真空条件下进行烘干是最佳的选择。

在确定反应温度、包覆温度、包覆 pH 等条件后，将制备的磁性颗粒分别通过机械搅拌、球磨、超声的方式分散至基载液煤油中，在磁场下放置 4 个月后，通过机械搅拌和球磨分散制得的磁性液体先后出现了沉降。

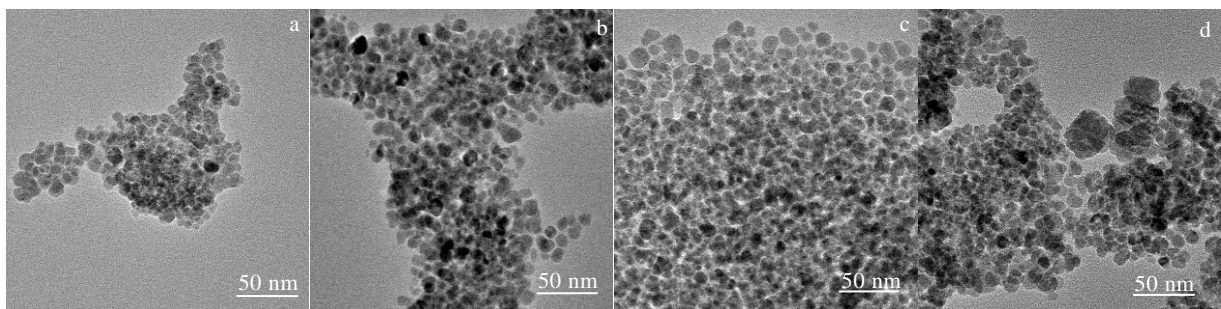


图 5 不同 pH 值下包覆 Fe₃O₄ 颗粒的 TEM 形貌

Fig.5 TEM morphologies of coated Fe₃O₄ particles under different pH values: (a) pH=7, (b) pH=9, (c) pH=10, and (d) pH=11

因为机械搅拌主要借助浆叶对溶液的搅拌所产生的剪切力对颗粒进行分散，但由于机械搅拌受转速等条件的限制，只能让颗粒初步悬浮在基载液中，无法进行更高分散的分散，因此对纳米级颗粒的分散效果较差；球磨分散是通过研磨球与研磨介质之间的碰撞、摩擦产生的剪切力和挤压力对颗粒进行细化，但纳米颗粒在细化过程中易发生碰撞破碎，导致表面活性剂从磁性颗粒表面脱落，甚至使磁性颗粒增加表面缺陷，



图 6 不同 pH 值包覆磁性液体沉降现象

Fig.6 Deposition of coated magnetic fluid in different pH values

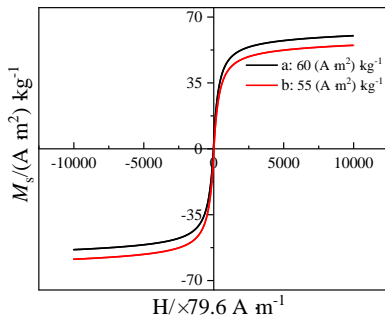


图 7 不同清洗方式下 Fe₃O₄ 颗粒的磁滞回线

Fig.7 Hysteresis loops of Fe₃O₄ particles under different cleaning methods

从而导致磁性颗粒无法长期稳定悬浮在基载液中。

通过超声分散制备的磁性液体在磁场下放置一年都未发现沉淀。超声分散是通过超声波在液体中产生的超声空化作用，产生微射流将固体颗粒击散，打开较小的团聚体，从而使颗粒均匀分散在基载液中，但是强烈的空化作用会在液体内部产生瞬时高温，因此长时间的超声会将磁性颗粒氧化，影响磁性液体的性能。所以本研究通过间断超声的方法，超声 1 h，间断 20 min，以减少超声过程中产生的热量，达到减缓磁性颗粒氧化的目的。

2.5 磁性颗粒的 XRD 分析

对通过上述优化工艺包覆后的 Fe₃O₄ 纳米颗粒进行 X 射线衍射测试(图 8)。从图 8 可以看出，Fe₃O₄ 颗粒在包覆油酸后晶体的特征衍射峰仍比较明显，对应于反尖晶石结构的(220)、(311)、(400)、(422)、(511)和(440)晶面，与标准数据库的峰一致，表明制备的 Fe₃O₄ 纯度很高，且在包覆油酸及分散到基载液的过程中晶型没有发生变化。根据 Scherrer 公式可以计算出晶粒尺寸：

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2)$$

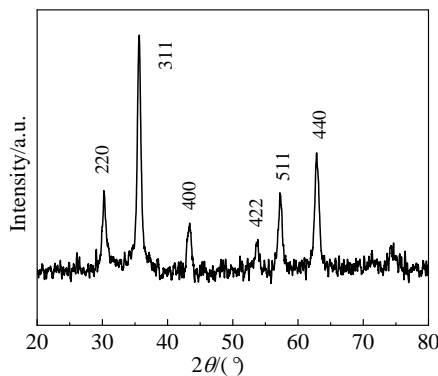


图 8 包覆后 Fe₃O₄ 颗粒的 XRD 图谱

Fig.8 XRD pattern of Fe₃O₄ particles after coating

式中， λ 为射线波长，试验中选取 0.154 06 nm； k 为晶粒的形状因子，一般选取 0.89； β 为衍射峰的半高宽； θ 为布拉格衍射角； D 为晶粒的平均粒径。根据该公式可得 Fe₃O₄ 晶粒的平均粒径约为 14.2 nm。

2.6 磁性颗粒的 TEM 分析

图 9 为油酸包覆后 Fe₃O₄ 纳米颗粒的 TEM 形貌，图中个别颗粒之间存在轻微的团聚，可能是由于油酸包覆后造成的高表面能或者在 TEM 制样中，分散颗粒超声时间过短或向碳膜多次滴定造成颗粒的重叠堆积造成的。从图 9 中可以看出，改性后的 Fe₃O₄ 纳米颗粒外观依旧呈近似球形，粒径范围在 12~15 nm，平均粒径约为 14 nm，与 XRD 结果吻合较好，插图为其单个纳米颗粒的高分辨率透射电镜(HRTEM)图像，看到以此制备工艺做出的磁性颗粒生长良好，晶格条纹十分明显，有较好的结晶度，面间距约为 0.5 nm，对应 Fe₃O₄ 的(111)面。

2.7 磁性颗粒的磁性能分析

图 10 为通过优化工艺包覆油酸后磁性颗粒的磁滞回线。可见，随着外加磁场强度的增大，磁颗粒的磁化强度也随之增加，直至饱和，且两者为非线性关

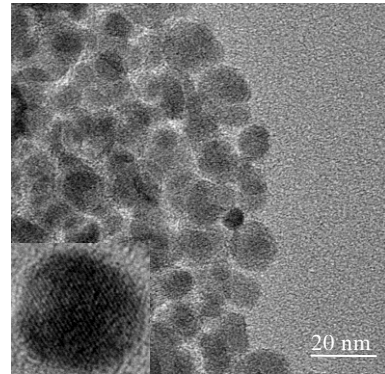


图 9 油酸包覆后 Fe₃O₄ 颗粒的 TEM 形貌

Fig.9 TEM morphology of Fe₃O₄ particles coated with oleic acid

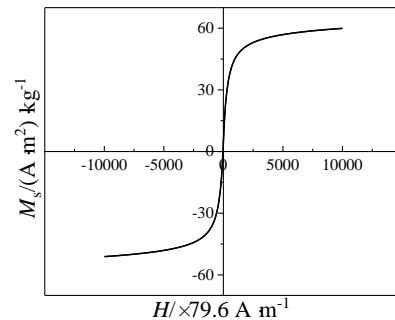


图 10 油酸包覆后 Fe₃O₄ 颗粒的磁滞回线

Fig.10 Hysteresis loop of Fe₃O₄ particles coated with oleic acid

系，退磁时，在外加磁场强度相同的条件下，磁化强度几乎不变，当外加磁场强度降低为 0 时，颗粒磁化强度也随之降低为 0，不存在剩磁和矫顽力，说明所制得的油酸包覆的 Fe_3O_4 磁性纳米颗粒具有超顺磁性，饱和磁化强度为 $60 (\text{A m}^2) \text{ kg}^{-1}$ 。

2.8 不同磁场强度下磁性液体的形态变化

图 11 为所制备的高密度煤油基磁性液体在不同强度的外加磁场下表现出的形态。将直径为 80 mm、高 100 nm 的圆柱形钕铁硼磁铁固定在桌面以提供磁场，使装有磁性液体的圆形玻璃托盘在竖直方向上由远到近接近磁铁，记录在距离磁铁 40、30、25、20 mm 位置上磁性液体形貌的变化，如图 11a~11d。从图 11a 中可以看出，在磁场作用逐渐增大的情况下开始产生磁锥，磁锥较小，数量也较少；从图 11b、11c 可以看出随着磁铁的进一步接近，即外加磁场的进一步加大，磁锥变大，数量也变多，磁性液体与磁铁距离特别近(图 11d)时，磁性液体在强磁场作用下聚集到玻璃托盘中央形成了一个弧面，磁锥高度有所减小，但磁锥密度相比图 11a~11c 明显提高许多。此过程表明，所制备的高密度磁性液体在外加磁场作用下，根据磁力线强度和分布不同以磁锥的形式表现出相应的各向异性，显示出较好的磁性和流动性。

2.9 磁性液体的流变特性

使用安东帕旋转流变仪对制备的质量分数为 60% 的高密度磁性液体进行流变特性的测量，质量分数为 40% 及 15% 的磁性液体作为对照，试验过程设定温度为 $20\text{ }^\circ\text{C}$ ，测量 3 种密度磁性液体在不同磁场下的流变特性。

图 12a 为不施加磁场下的流变曲线，由于在测试开始时转动动力矩较大，各密度磁性液体都出现断崖式的下降，随着剪切速率的增加，出现剪切变稀现象，磁性液体粘度随之下降，但整个过程中质量分数为 60% 的高密度磁性液体粘度始终在其余 2 种磁性液体

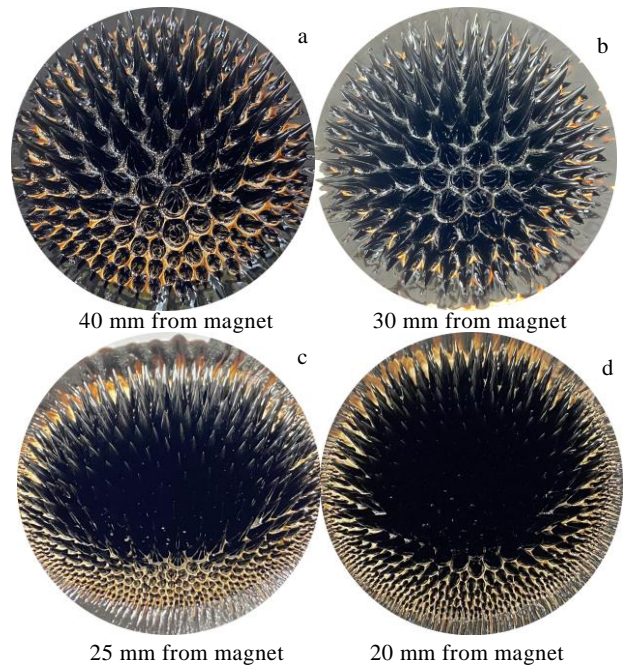


图 11 不同磁场强度下磁性液体的形态图
Fig.11 Morphologies of magnetic fluid under different magnetic field strengths

之上，表现出稳定的流变特性。

图 12b、图 12c 分别为 3 种磁性液体在 20、30 mT 磁场下的流变曲线。由图可知，在磁场的作用下，3 种密度的磁性液体均大于没有磁场作用下的粘度，出现磁增稠现象，这是由于磁性液体中的磁性颗粒在磁场的作用下产生极化并进行了定向排列，使磁性液体的流动性减小，从而导致粘度的增加，随着剪切速率的增加，磁性颗粒的定向排列遭到一定程度的破坏，使颗粒之间的引力变弱，出现剪切变稀现象，粘度降低，所制备的高密度磁性液体相比低密度磁性液体在磁场下展现出了更高的粘度，对扩大其应用范围，实现更好的应用效果有着显著作用。

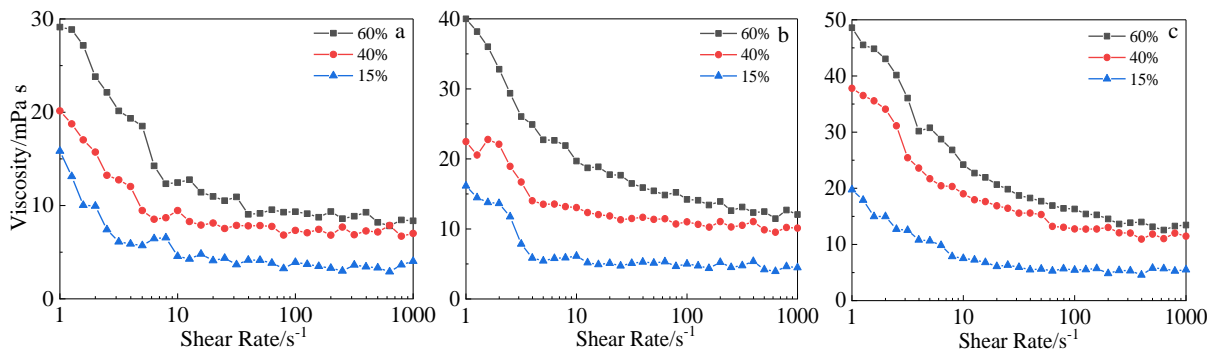


图 12 不同质量分数磁性液体的流变特性对比

Fig.12 Comparison of rheological properties of magnetic fluids with different mass fractions: (a) no magnetic field, (b) 20 mT, and (c) 30 mT

3 结 论

1) 磁性颗粒生长阶段温度为 60 °C, 包覆温度为 80 °C, 溶液 pH 为弱碱性时制备出的磁性颗粒饱和磁化强度可达到 60 (A m²) kg⁻¹, 平均粒径约为 14 nm。

2) 磁性颗粒使用去离子水清洗, 并在真空条件下烘干后进行研磨, 通过间断超声的方式将研磨后的磁粉分散至基载液煤油中, 可制成质量分数为 60% 的高密度煤油基磁性液体, 在磁场下无沉降的产生且有明显的磁响应, 同时高密度磁性液体的流变特性在磁场的作用下可发生明显改变, 与普通密度的磁性液体相比粘度变化更大, 使其有了更多的应用可能。

参考文献 References

- [1] Li Decai(李德才). *Theory and Application of Magnetic Fluid Seal*(磁性液体密封理论及应用)[M]. Beijing: Science Press, 2010: 16
- [2] Ashtiani M, Hashemabadi S H, Ghaffari A *et al.* *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2014, 374(15): 716
- [3] Katsikis G, Breant A, Rinberg A *et al.* *Soft Matter*[J], 2018, 14(5): 681
- [4] Yao J, Li D C, Chen X Z *et al.* *Journal of Fluids and Structures*[J], 2019, 90: 190
- [5] Cui H C, Li D C. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2019, 473(1): 341
- [6] Zhao Zifen(赵子粉), Shao Huiping(邵慧萍), Zheng Hang(郑航) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(6): 1609
- [7] Ramimoghadam D, Bagheri S, Hamid S B A *et al.* *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*[J], 2015, 133(1): 388
- [8] Xie J, Li D C, Zhu R Q *et al.* *Chinese Journal of Scientific Instrument*[J], 2020, 41(6): 27
- [9] Yamaguchi H, Iwamoto Y. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*[J], 2016, 431(1): 229
- [10] Li R N, Da X H, Li X *et al.* *Chinese Physics B*[J], 2021, 30(1): 017 502
- [11] Agnihotri P, Lad V N. *Chemical Papers*[J], 2020, 74: 3089
- [12] Cui H R, Sun M L, Wang X M *et al.* *Advanced Materials Research*[J], 2011, 211: 411
- [13] Tan Y M, Shao H P. *Powder Metallurgy Technology*[J], 2012, 30(3): 163
- [14] Meng X S, He Z H, Zhao J W *et al.* *IEEE Transactions on Magnetics*[J], 2018, 54(1): 1
- [15] Hong R Y, Feng B, Ren Z Q *et al.* *Chemical Engineering Journal*[J], 2008, 144(2): 329
- [16] Zhou Q R, Chen F, Liu Y *et al.* *Journal of Magnetics*[J], 2019, 24(1): 49

Preparation and Characterization of High Density Kerosene Based Magnetic Fluid

Han Shida, Cui Hongchao, Zhang Jiajia, Li Zhenkun

(School of Mechanical, Electronic and Control Engineering, Beijing Jiaotong University, Beijing 100044, China)

Abstract: Using the chemical coprecipitation method, the comparative experiments were carried out by changing the process parameters such as growth temperature, pH value of coating environment, cleaning and dispersion mode of Fe₃O₄ nanoparticles. The best parameters and conditions of Fe₃O₄ nanoparticles in growth stage, coating stage and dispersion stage were summarized and the previous preparation process was optimized to improve the dispersion stability of oleic acid coated magnetic particles in kerosene. The samples were characterized by XRD, TEM and VSM and the rheological properties of the kerosene based magnetic fluid were analyzed by rotating rheometer. The results show that the average particle size of the modified Fe₃O₄ nanoparticles is about 14 nm, showing a regular sphere. The saturation magnetization of modified Fe₃O₄ nanoparticle is 60 (A m²) kg⁻¹ and high-density kerosene based magnetic fluid with a mass fraction of 60% is prepared. Compared with ordinary magnetic fluid, the high-density kerosene based magnetic fluid obtained by this preparation process has a great improvement in saturation magnetization and oxidation resistance and has higher application value.

Key words: magnetic fluid; Fe₃O₄ nanoparticles; preparation method; magnetic saturation intensity

Corresponding author: Cui Hongchao, Associate Professor, School of Mechanical, Electronic and Control Engineering, Beijing Jiaotong University, Beijing 100044, P. R. China, Tel: 0086-10-51684006, E-mail: hccui@bjtu.edu.cn