

# 磁天平测定微量磁性微球

洗远芳, 范英花, 李微, 郝游游, 杨柏青

## Magnetic balance determination of trace magnetic microspheres

Xian Yuan-fang, Fan Ying-hua, Li Wei, Hao You-you, Yang Bo-qing

Department of  
Pharmaceutical  
Engineering, School  
of Chemical  
Engineering,  
Changchun  
University of  
Technology,  
Changchun  
130012, Jilin  
Province, China

Xian Yuan-fang,  
Associate professor,  
Department of  
Pharmaceutical  
Engineering, School  
of Chemical  
Engineering,  
Changchun  
University of  
Technology,  
Changchun  
130012, Jilin  
Province, China  
xyflg@126.com

Received: 2010-05-30  
Accepted: 2010-06-26

长春工业大学化  
工学院制药工程  
系, 吉林省长春市  
130012

洗远芳, 女, 1959  
年生, 广西壮族自  
治区贵县人, 汉  
族, 1982年毕业  
于广西大学, 副教  
授, 从事药物制剂  
方面的研究。  
xyflg@126.com

中图分类号: R318  
文献标识码: B  
文章编号: 1673-8225  
(2010)38-07116-03

收稿日期: 2010-05-30  
修回日期: 2010-06-26  
(20091214003/D·Y)

### Abstract

**BACKGROUND:** The characteristics of magnetic balance include compact structure, stable performance, convenient experiment and so on, magnetic balance is suitable for the laboratory research of magnetic determination.

**OBJECTIVE:** To establish determination methods for magnetic susceptibility of trace magnetic drug samples, according to the discussion on the magnetic balance determination of trace sample magnetic susceptibility.

**METHODS:** The magnetic susceptibility is an important index of describing the magnetic drugs, magnetic balance determination is a conventional method for magnetic susceptibility. Sample tube was processed into magnetic resistance correction, the standard samples with known magnetic susceptibility and the test sample were determined the weight changes at the same temperature and magnetic field, magnetic susceptibility of the test trace samples was obtained.

**RESULTS AND CONCLUSION:** Compared the determined value with the theoretical value, the difference is  $1.96\% \angle 2\%$ . Magnetic balance has advantages such as simple equipment and easy operation, but needs a large number of samples. Through the principle and method analysis of magnetic balance determination for magnetic susceptibility of trace magnetic sample, a determination method of trace samples is established, thus providing possibility for determination of trace samples using magnetic balance.

Xian YF, Fan YH, Li W, Hao YY, Yang BQ. Magnetic balance determination of trace magnetic microspheres. Zhongguo Zuzhi Gongcheng Yanjiu yu Linchuang Kangfu. 2010;14(38):7116-7118. [http://www.crter.cn http://en.zgckf.com]

### 摘要

**背景:** 磁天平具有结构紧凑、性能稳定、实验方便等特点, 适用于实验室磁性测量的研究。

**目的:** 通过磁天平测定微量样品磁化率原理的探讨, 建立微量磁性药物样品磁化率测定方法。

**方法:** 磁化率是描述磁性药物的重要指标, 用磁天平测定磁化率是一种常规的物理方法; 样品管通过抗磁校正, 用已知磁化率的标准样品与待测样品, 在相同温度及磁场下测定进入磁场前后的质量变化, 即可求得所测微量样品磁化率。

**结果及结论:** 测定值与理论值相比结果相差  $1.96\% \angle 2\%$ , 符合较好。磁天平具有设备简单, 操作容易等特点。但所需样品量大。通过磁天平测定微量样品磁化率原理及方法分析, 建立微量磁性药物样品磁化率测定方法。为微量样品采用磁天平测定磁性能提供可能。

**关键词:** 磁天平; 磁化率; 磁性微球; 测定方法; 原理

doi:10.3969/j.issn.1673-8225.2010.38.021

洗远芳, 范英花, 李微, 郝游游, 杨柏青. 磁天平测定微量磁性微球[J]. 中国组织工程研究与临床康复, 2010, 14(38):7116-7118. [http://www.crter.org http://cn.zgckf.com]

## 0 引言

磁性材料是用途十分广泛的功能材料<sup>[1-3]</sup>, 它与信息化、自动化、机电一体化、国防, 国民经济的方方面面紧密相关<sup>[4-6]</sup>。纳米磁性材料是20世纪70年代后逐步产生、发展而成为最富有生命力与广泛应用前景的新型磁性材料<sup>[7-9]</sup>。磁性纳米颗粒作为靶向药物, 细胞分离等医疗应用也是当前生物医学的一热门研究课题, 有的已步入临床试验<sup>[10-11]</sup>。对磁性材料微量样品具有磁性能的研究越来越重要。

磁天平具有结构紧凑、性能稳定、实验方便等特点, 适用于实验室磁性测量的研究。但测量用样品量多, 根据其测定原理找出用磁天平测量微量磁性物质的磁化率方法。为磁天平测定微量

磁性能的研究提供广阔的应用空间。

## 1 材料和方法

**设计:** 建立微量磁性药物样品磁化率测定方法。

**时间及地点:** 于2009-04/06在长春工业大学化工学院制药工程实验室进行实验。

**材料:** 化学纯 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  购买于天津市福晨化学试剂厂。DZ3326型磁天平由南京大展机电技术研究所提供, 磁场强度0~0.85 T连续可调, 励磁电流0~10 A。配AL104型分析天平购于梅特勒.托利多仪器上海有限公司, 实际分度值为0.000 1 g, 检定分度值0.001 g。样品管(内径10 mm玻璃管)1支。

**方法:**

**样品管抗磁校正:** 把玻璃样品管挂在磁场的线性区域内, 确定样品管在进入磁场前后的质量变化  $\Delta m_{管}$ , 这一过程称为抗磁性校正<sup>[12]</sup>, 然后在同样条件下测定装有待测样品的管重量变化  $\Delta m_{样+管}$ , 则样品在磁场内外的质量变化为

$$\Delta m_{样} = \Delta m_{样+管} - \Delta m_{管} \quad (1)$$

同理:

$$\Delta m_{标} = \Delta m_{标+管} - \Delta m_{管} \quad (2)$$

则  $\Delta m_{样}$ 、 $\Delta m_{标}$  为进行了抗磁校正。

$\Delta m_{样}$  测定: 称取标准样品 Mohr 盐  $m_{标} = 17 \text{ mg}$ , 测定在磁场分别为 300 mT 及 400 mT 变化中的数据列表 1。

表 1 标准样品抗磁校正测定数据					
Table 1 Determination data of standard sample in magnetic resistance correction (18 °C)					
Magnetic field (mT)	Current A	First determination (mg)			$\Delta m_{tube1}$
		$\Delta m_{tube1}$ '	$\Delta m_{tube1}$ ''	$\Delta m_{tube1}$	
300	3.06	0.6	0.7	0.65	
400	4.08	0.7	0.8	0.75	
Magnetic field (mT)	Current A	First determination (mg)			$\Delta m_{standard1}$
		$(\Delta m_{standard+tube}^+)_{1}$ '	$(\Delta m_{standard+tube}^+)_{1}$ ''	$(\Delta m_{standard+tube}^+)_{1}$	
300	3.06	2.8	3.5	3.2	
400	4.08	3.4	3.8	3.6	
300	3.06			2.55	
400	4.08			2.85	
Magnetic field (mT)	Current A	Second determination (mg)			$\Delta m_{tube2}$ (mg)
		$(\Delta m_{tube}^+)_{2}$ '	$(\Delta m_{tube}^+)_{2}$ ''	$(\Delta m_{tube}^+)_{2}$	
300	3.06	0.6	0.6	0.63	
400	4.08	0.7	0.9	0.8	
Magnetic field (mT)	Current A	Second determination (mg)			$\Delta m_{standard2}$
		$(\Delta m_{standard+tube}^+)_{2}$ '	$(\Delta m_{standard+tube}^+)_{2}$ ''	$(\Delta m_{standard+tube}^+)_{2}$	
300	3.06	2.7	3.7	3.2	
400	4.08	3.3	3.9	3.6	
300	3.06			2.6	
400	4.08			2.8	

其中:  $\Delta m_{管}i$  '、 $(\Delta m_{标+管})i$  ' : 场强从 0 开始逐渐增大时, 样品管及(标+管)在磁场变化前后的质量差值 mg。i 为第 i 次测定(以下同)。

$\Delta m_{管}i$  ''、 $(\Delta m_{标+管})i$  '' : 场强到达 500 mT 后, 再逐渐减小到某磁场强度时, 样品管及(标+管)在磁场变化前后的质量变化值 mg。

$\Delta m_{管}i$ 、 $(\Delta m_{标+管})i$ : 样品管及(标+管)在磁场变化前后质量变化的算术平均值 mg。

$\Delta m_{标}$  测定: 称取待测样品  $m_{样}$  为 17 mg 左右, 按

样品管抗磁校正方法及表 1 内容, 测定待测样品相关数据。

待测样品磁化率计算: 将上述有关数据取平均值代人(1)、(2)进行抗磁校正, 获得  $\Delta m_{样}$ 、 $\Delta m_{标}$  值, 可按(3)式, 计算同磁场下待测样品的磁化率<sup>[13]</sup>:

$$x_{g样} = \frac{9500}{T+1} \times 10^{-6} \times \frac{m_{标}}{\Delta m_{标}} \frac{\Delta m_{样}}{m_{样}} \quad (emu/g) \quad (3)$$

T 为绝对温度 K。

**主要观察指标:** 同磁场下待测样品的磁化率。

**设计、实施、评估者:** 设计为第一作者, 实施为全体作者, 评估者为第一作者。参与者均受过相关培训。

## 2 结果

**2.1 测定值与理论计算值比较** 磁场为 300 mT, 18 °C 时, 将表 1 数据代人(1)、(2), 其中第 1 次测定值作为标准样值, 第 2 次测定值作为待测样值。则将  $m_{标} = 17 \text{ mg}$ ,  $m_{样} = 17 \text{ mg}$ ,  $\Delta m_{标} = 2.55$ ,  $\Delta m_{样} = 2.6$  代入(3)式得:

$$x_{g标2} = \frac{9500}{T+1} \times 10^{-6} \times \frac{17}{2.55} \times \frac{2.6}{17} = 1.0196 \times \frac{9500}{T+1} \times 10^{-6} \quad (emu/g) \quad (4)$$

测定值与理论值比:(4)/(8)=1.0196;

测定值与理论值结果相差 1.96% < 2%。在范围内。

同理, 磁场为 400 mT 时, 测试结果与(4)式理论计算结果相差 1.75% < 2

**2.2 重复性检验** 由(3)式, 比较第一次与第二次的磁化率得:

磁场为 300 mT, 18 °C 时,

$$\frac{x_{g标2}}{x_{g标1}} = \frac{m_{标1}}{\Delta m_{标1}} \frac{\Delta m_{标2}}{m_{标2}} = \frac{17}{2.55} \times \frac{2.6}{17} = 1.0196$$

2 次结果相差 1.96% < 2%。在范围内。

同理, 磁场为 400 mT、18 °C 时, 测试结果与理论计算结果相差 1.75% < 2。二次重复性检验相差 1.75% < 2。在范围内。

## 3 讨论

磁性物质在不均匀磁场中会受到一个指向磁场强大方向力的作用, 大小与物质的磁场强度 H 及梯度  $aH_x/aZ$  有关, 待测样品质量磁化率表示为<sup>[14-15]</sup>:

$$x_{g样} = \frac{\Delta m_{样}}{m_{样}} g(H_x \frac{\partial H_x}{\partial Z})^{-1} \quad (5)$$

3.1 原测定原理 将样品装入均匀细长的玻璃样品管中, 悬挂在分析天平的一个臂上, 使样品底部置于电磁铁两极中心的磁场强度最大处; 样品顶端离磁场中心较远, 磁场强度较弱, 应近似为0。这样整个样品处在一个非均匀的磁场中<sup>[16-17]</sup>。于是在垂直方向Z上, 存在磁场强度梯度 $aH/aZ$ <sup>[18]</sup>。对顺磁性物质, 作用力指向场强最大的方向, 反磁性物质则指向场强最弱的方向中。若不考虑样品管周围介质的影响, 当样品受到磁场的的作用力时, 可导出:

$$x_g = \frac{2\Delta m h g}{m H^2} \quad (6)$$

式中:  $\Delta m$ 为施加磁场前后的质量差,  $h$ 为装样品高,  $g$ 为重力加速度。  $m$ 为样品质量。

(6)式中 $h$ 应足够高, 满足样品底部在磁场强度最大处, 顶端在磁场强度近似为0。一般样品在玻璃管中装的高度至少12 cm。若试管截面积为1 cm<sup>2</sup>, 装样体积至少12 cm<sup>3</sup>。这对微量样品实验的研究带来不便<sup>[19-20]</sup>。

3.2 微量样品测定原理 样品悬挂在一个不均匀的磁场中, 由(5)式, 为避开测定 $Hx \frac{\partial H}{\partial z}$  (磁场一定时是常数), 选择一已知磁化率 $x_{g标}$ 的标准样品进行比较, 可测得:

$$x_{g样} = x_{g标} \frac{m_{标} \Delta m_{样}}{\Delta m_{标} m_{样}} \quad (7)$$

$\Delta m_{样}$ 、 $\Delta m_{标}$  ——分别为待测样品、标准样品施加磁场前后的质量差;

$m_{样}$ 、 $m_{标}$  ——待测样品和标准样品的质量;

已知:  $(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O$ (莫尔盐)的质量磁化率与温度关系如下:

$$x_{g标} = \frac{9500}{T+1} \times 10^{-6} \text{ (emu/g)} \quad (8)$$

以莫尔盐为标准样品, 则(7)整理为(3), 即建立了待测样品的磁化率测定公式。

3.3 结论 由前面分析, 微量样品用磁天平测定磁化率是可行的。但在测试过程中要准确, 测量样品量越多误差越小。一般可在20 mg左右。样品采用三次测试取平均值有利准确率提高。此方法所用设备简单, 解决了

用磁天平测定磁化率消耗样品量大而不适合实验室磁性材料微量样品的测定的缺点。

#### 4 参考文献

- [1] Gai YF, Yu CB, Wu RF. Jixie Gongcheng Cailiao. 2008;32 (2):15-17. 盖永芳, 俞成丙, 吴若峰. 聚乙烯醇分散水基磁流体制备工艺[J]. 机械工程材料, 2008, 32 (2):15-17.
- [2] Qiu LP, Ma XL, Wen QB. Zhongguo Liangyou Xuebao. 2007; 22(1): 60-64. 邱礼平, 马细兰, 温其标. 交联高链磁性淀粉的制备及其结构的研究[J]. 中国粮油学报, 2007, 22(1):60-64.
- [3] Zhao J, Liu YJ. Huanjing Kexue yu Guanli. 2008;33(5):118-120. 赵静, 刘勇健. 磁流体在印染废水处理中的应用研究[J]. 环境科学与管理, 2008, 33(5):118-120.
- [4] Li YZ, Zhang XJ, Cao DL. Cailiao Xuebao. 2007;21(5):206-208. 李育珍, 张学俊, 曹端林. 微乳法制备纳米M(M= Zn、Cd、Pb) S/ 聚合物复合材料的进展[J]. 材料导报, 2007, 21(5):206-208.
- [5] Ma WP, Shun HW, Miao F. Guiyansuan Tongbao. 2008;27(3): 645-653. 马维平, 孙洪巍, 苗芳. 十六烷基三甲基溴化铵/正丁醇/环己烷/水微乳液制备纳米粉体的研究[J]. 硅酸盐通报, 2008, 27(3):645-653.
- [6] Li XC, Cheng HC, Fan JL. Fenmo Yejin Jishu. 2009;27(12):142-147. 李新春, 成会朝, 范景莲. 纳米镍粉制备技术研究进展[J]. 粉末冶金技术, 2009, 27(12):142-147.
- [7] Wan XH, Lin HY, Huang JW. Jiaying Xueyuan Xuebao: ziranban. 2007; 25(3):39-42. 苑星海, 林穗云, 黄建伟. 共沉淀法制备纳米Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>磁性粒子的工艺研究[J]. 嘉应学院学报:自然科学, 2007, 25(3):39-42.
- [8] Zhao J, Liu JY, Yingyong Huagong. 2008;37(2):199-200. 赵静, 刘勇健. 磁流体制备中表面活性剂的选择及其包裹条件的影响[J]. 应用化工, 2008, 37(2):199-200.
- [9] Wan XH, Lin HY, Li Y. Jiaying Xueyuan Xuebao(ziranban). 2008; 26(6):53-56. 苑星海, 林穗云, 李勇. 用于水基磁流体制备的环境友好分散剂的选择[J]. 嘉应学院学报(自然科学), 2008, 26(6):53-56.
- [10] Zhao CY, Yao SW, Zhang WG. Huagong Jinzhan. 2005; 24(8): 865-868. 赵朝辉, 姚素薇, 张卫国. 纳米Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 磁性颗粒的制备及应用现状[J]. 化工进展, 2005, 24 (8):865-868.
- [11] Wan XH, Xu XY. Cailiao Gongchen. 2008;10:32-34. 苑星海, 许雪燕. 琼脂改性水基Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 磁性液体的研制[J]. 材料工程, 2008, 10:32-34.
- [12] Li R, L HL, Zhang X. Jinshu Gongneng Cailiao. 2009;16(4):23-25. 李儒, 李红丽, 张先. 碳包覆坡莫合金纳米粒子磁流体制备及表征[J]. 金属功能材料, 2009, 16(4):23-25.
- [13] Xu CHP, Yang F, Qi FX. Jinshu Gongneng Cailiao. 2008;15(3):34-38. 余传佩, 杨锋, 齐飞霞. 无磁、弱磁材料磁性能的测量方法与装置研究[J]. 金属功能材料, 2008, 15(3):34-38.
- [14] Wu LY, Zheng WJ, Shang ZF. Daxue Huaxue. 2006;10(5):51-52. 武丽艳, 郑文君, 尚贞锋. Gouy磁天平法测定物质磁化率实验数据处理公式的讨论[J]. 大学化学, 2006, 10(5):51-52.
- [15] Wu L. Daxue Wuli. 2000;19(1):34-45. 伍林. Faraday相对法测定磁化率的原理和方法[J]. 大学物理, 2000, 19(1): 34-45.
- [16] Jiang RL, Zhang ZX, Shun Q. Guiyansuan Xuebao. 2008;36 (12): 1715-1719. 蒋荣立, 张宗祥, 孙强. 钎离子掺杂铁氧体纳米晶的结构和磁性能[J]. 硅酸盐学报, 2008, 36(12):1715-1719.
- [17] Chang SW, Zhang JF, Ban CHY. Shiyansi Kexue. 2009;4(8):602-604. 常守威, 张建锋, 班春燕. 弱磁性材料磁化率测量技术的研究[J]. 实验室科学, 2009, 4(8):602-604.
- [18] Jiang RL, Liu YC, Yi WX. Sichuan Daxue Xuebao. 2004;1(36):32-36. 蒋荣立, 刘永超, 尹文萱. 钎改性铁氧体磁流体的制备与表征[J]. 四川大学学报. 2004, 1(36):32-36.
- [19] Qin SQ, Na PJ, Li YE. Nixia Daxue Xuebao. 2006;27(3):53-56. 秦淑琪, 纳鹏军, 李锡恩. 强磁性纳米材料CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>磁稀释体系磁化强度的表征[J]. 宁夏大学学报, 2006, 27(3):53-56.
- [20] He QF, Li GM, Zhu JM. Yingyong Huaxue. 2006;2(2):207-211. 何强芳, 李明国, 朱洁民. 磁性氟尿嘧啶壳聚糖微球的制备及其释药性能[J]. 应用化学, 2006, 2(2):207-211.