



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102279182 B

(45) 授权公告日 2012. 11. 21

(21) 申请号 201110122565. 3

(22) 申请日 2011. 05. 12

(73) 专利权人 大连理工大学

地址 116100 辽宁省大连市甘井子区凌工路
2 号

(72) 发明人 程从前 赵杰 曹铁山 吴沁柯
刘欢 雷明凯

(74) 专利代理机构 大连理工大学专利中心
21200

代理人 梅洪玉

(51) Int. Cl.

G01N 21/78 (2006. 01)

审查员 李鹏飞

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种奥氏体不锈钢表面铁污染检测膜的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种奥氏体不锈钢表面铁污染检测膜的制备方法,其特征是将羧甲基纤维素钠或羧甲基淀粉钠溶解在酒精中作为增稠剂,所述羧甲基纤维素钠或羧甲基淀粉钠的添加量分别为每 100ml 显色溶液添加 1 ~ 5g,所述酒精添加量为每 100ml 显色溶液添加 3 ~ 20ml 酒精;将显色溶液均匀混合于增稠剂中,制备成检测膜的前驱体,将前驱体铺展在光洁的玻璃板上,每 100ml 所述前驱体铺展面积为 400 ~ 700cm²,经 40℃ 烘干后获得检测膜。本发明的检测膜可对奥氏体不锈钢表面铁污染进行有效定位、具有制备方法简单、检测操作方便的优点。

1. 一种奥氏体不锈钢表面铁污染检测膜的制备方法,其特征在于包括下列步骤:

(1) 将羧甲基纤维素钠或羧甲基淀粉钠溶解在酒精中作为增稠剂,所述羧甲基纤维素钠或羧甲基淀粉钠的添加量分别为每 100ml 显色溶液添加 1 ~ 5g,所述酒精添加量为每 100ml 显色溶液添加 3 ~ 20ml 酒精;

(2) 将显色溶液均匀混合于增稠剂中,制备成检测膜的前驱体,将前驱体铺展在光洁的玻璃板上,每 100ml 所述前驱体铺展面积为 $400 \sim 700\text{cm}^2$,经 40°C 烘干后获得检测膜;所用显色溶液的溶质成分及质量百分比为:①柠檬酸为 51.1%,柠檬酸为 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$;②柠檬酸钠为 37.8%,柠檬酸钠为 $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{Na}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$;③邻菲罗啉为 3.7%,邻菲罗啉为 $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$;④盐酸羟胺为 7.4%,盐酸羟胺为 HONH_2Cl 。

一种奥氏体不锈钢表面铁污染检测膜的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于材料表面检测技术领域,涉及一种奥氏体不锈钢表面铁污染检测膜的制备方法。

背景技术

[0002] 奥氏体不锈钢具有优良耐蚀性的主要原因是其表面具有可自修复的完整的钝化膜。然而奥氏体不锈钢因铁污染等造成表面钝化膜的不完整,进而容易使不锈钢表面产生锈迹、降低奥氏体不锈钢的耐蚀性乃至抗应力腐蚀性能。针对奥氏体不锈钢铁污染的测试方法主要有:蓝点法和硫酸铜法。

[0003] 硫酸铜法反应产物为微小的铜颗粒,当产物较少时,在粗糙的表面很难用肉眼直接分辨;当不锈钢钝化膜在潮湿环境下因铁污染而产生锈迹时,该方法对钝化膜完整性的测量不灵敏。铁氰化钾-硝酸测试简称为蓝点法,因检测灵敏度高而被广泛使用。但蓝点溶液中因铁氰化钾在加热或光照条件下,溶液挥发出剧毒的氰化氢气体,故蓝点法存在潜在的毒性和环境污染问题。同时蓝点溶液保存周期短,需现配现用,使用不方便;当铁污染严重时,在不锈钢表面产生的蓝点有时难以清除;在检测时间较长的条件下,蓝点溶液还可能对不锈钢产生点蚀进而破坏不锈钢表面质量。

[0004] 针对不锈钢铁污染检测问题,申请人曾在专利 CN101825574A 中公开了一种检测奥氏体不锈钢表面铁污染的溶液及方法。该溶液及方法利用二价铁离子与邻菲罗啉络合产生橘红色络合物的原理,在检测奥氏体不锈钢表面铁污染时具有操作方便、灵敏度高、溶液保存周期长等一系列优点。然而当不锈钢表面存在局部弥散的铁污染条件下,上述方法检测时产生的橘红色络合物会随测试溶液一起在滤纸中快速扩散,进而难以对铁污染进行定位表征。由于核电、石油化工等行业对关键过流不锈钢构件表面的清洁度提出了极高要求,因此不仅要求能够对铁污染进行显色检测,还要求能对铁污染进行定位表征。如何实现奥氏体不锈钢表面铁污染的定位检测,成为铁污染检测的难点。

发明内容

[0005] 本发明提供了一种可对奥氏体不锈钢表面铁污染进行定位表征的检测薄膜的制备方法。

[0006] 本发明的技术解决方案如下:

[0007] 一种奥氏体不锈钢表面铁污染检测膜的制备方法,具体包括下述步骤:

[0008] (1) 将羧甲基纤维素钠或羧甲基淀粉钠溶解在酒精中作为增稠剂,所述羧甲基纤维素钠或羧甲基淀粉钠的添加量分别为每 100ml 显色溶液添加 1 ~ 5g,所述酒精添加量为每 100ml 显色溶液添加 3 ~ 20ml 酒精;

[0009] (2) 将显色溶液均匀混合于增稠剂中,制备成检测膜的前驱体,将前驱体铺展在光洁的玻璃板上,每 100ml 所述前驱体铺展面积为 400 ~ 700cm²,经 40℃ 烘干后获得检测膜。

[0010] 本发明的检测膜可对奥氏体不锈钢表面铁污染进行有效定位,其制备方法简单、

检测方法简便,可满足核电、航空航天、化工、医疗等行业中奥氏体不锈钢加工制造表面严格的检测要求。

具体实施方式

[0011] 本发明中奥氏体不锈钢表面铁污染检测膜的制备方法,具体方案由以下实施例详细给出。

[0012] 选取奥氏体不锈钢 Z2CN18-10、45 钢,不锈钢和 45 钢用线切割加工成尺寸为 10mm×10mm×2.5mm 试片,经处理后获得测试样品,处理方法如表 1 所示。1# 试样是不锈钢经过水砂纸 200#、400# 和 800# 打磨后自钝化 72h 制备的样品,2# 试样是用 45 钢打磨不锈钢表面获得铁污染条件下的样品,3# 试样是 45 钢经水砂纸 200#、400# 和 800# 打磨后制备的样品。

[0013] 表 1 Z2CN18-10 的工艺处理

	Z2CN18-10	处理方法	数量(个)
[0014]	1#	原样(砂纸打磨至 800#后自钝化 72h)	5
	2#	45 钢打磨不锈钢	5
	3#	45 钢(砂纸打磨至 800#)	5

[0015] 奥氏体不锈钢表面铁污染检测膜中所用显色溶液为专利 CN101825574A 中公布的测试溶液,其溶质成分及质量百分比为:

[0016]

①柠檬酸 ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)	51.1%
②柠檬酸钠 ($C_6H_5O_7Na_3 \cdot 2H_2O$)	37.8%
③邻菲罗啉 ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)	3.7%
④盐酸羟胺 ($HONH_2Cl$)	7.4%

[0017] 实验同时用上述测试溶液对样品表面铁污染进行对比测试,测试结果显示:1# 试样表面的滤纸无橘红色产物出现;2# 试样表面的滤纸首先在划痕的局部位置出现橘红色斑点,30s 后橘红色斑点开始扩散,数分钟后橘红色斑点扩大至原始斑点的几倍;3# 试样整个滤纸表面均呈橘红色。结果表明,仅用上述测试溶液对不锈钢铁污染的定位检测不灵敏。

[0018] 实施例 1 奥氏体不锈钢铁污染检测膜的制备方法,步骤如下:

[0019] (1) 称取 1g 羧甲基纤维素钠溶于 3ml 酒精中,制成增稠剂;

[0020] (2) 将 100ml 显色溶液均匀混合于上述增稠剂中,制备成检测膜的前驱体,将前驱体铺展在光洁的玻璃板上,每 100ml 所述前驱体铺展面积为 $700cm^2$,经 $40^\circ C$ 烘干后获得检测膜。

[0021] 将制备的检测膜润湿后用于不锈钢表面铁污染检测,结果显示:1# 试样表面的检测膜中无橘红色产物出现;2# 试样表面的检测膜中在划痕的局部位置出现明显的橘红色斑点,数分钟后橘红色斑点仍未扩散;3# 试样整个检测膜表面均呈现橘红色。结果表明,该方法制备的检测膜可有效定位检测奥氏体不锈钢表面的铁污染。

[0022] 实施例 2 奥氏体不锈钢铁污染检测膜的制备方法,步骤如下:

[0023] (1) 称取 2.5g 羧甲基纤维素钠溶于 7ml 酒精中,制成增稠剂;

[0024] (2) 将 100ml 显色溶液均匀混合于上述增稠剂中,制备成检测膜的前驱体,将前驱体铺展在光洁的玻璃板上,每 100ml 所述前驱体铺展面积为 600cm^2 ,经 40°C 烘干后获得检测膜。

[0025] 将制备的检测膜润湿后用于不锈钢表面铁污染的检测,结果显示:1# 试样表面的检测膜中无橘红色产物出现;2# 试样表面的检测膜中在划痕的局部位置出现明显的橘红色斑点,半小时后橘红色斑点仍未扩散;3# 试样整个检测膜表面均呈现明显橘红色。结果表明,该方法制备的检测膜可有效定位检测奥氏体不锈钢表面的铁污染。

[0026] 实施例 3

[0027] 奥氏体不锈钢铁污染检测膜的制备方法,步骤如下:

[0028] (1) 称取 5g 羧甲基纤维素钠溶于 20ml 酒精中,制成增稠剂;

[0029] (2) 将 100ml 显色溶液均匀混合于上述增稠剂中,制备成检测膜的前驱体,将前驱体铺展在光洁的玻璃板上,每 100ml 所述前驱体铺展面积为 400cm^2 ,经 40°C 烘干后获得检测膜。

[0030] 将制备的检测膜润湿后用于不锈钢表面铁污染的检测,结果显示:1# 试样表面的检测膜中无橘红色产物出现;2# 试样表面的检测膜中在划痕的局部位置出现橘红色斑点,半小时后橘红色斑点仍未扩散;3# 试样整个检测膜表面均呈现橘红色。结果表明,该方法制备的检测膜可有效定位检测奥氏体不锈钢表面的铁污染。

[0031] 实施例 4

[0032] 奥氏体不锈钢铁污染检测膜的制备方法,步骤如下:

[0033] (1) 称取 2.5g 羧甲基淀粉钠溶于 20ml 酒精中,制成增稠剂;

[0034] (2) 将 100ml 显色溶液均匀混合于上述增稠剂中,制备成检测膜的前驱体,将前驱体铺展在光洁的玻璃板上,每 100ml 所述前驱体铺展面积为 550cm^2 ,经 40°C 烘干后获得检测膜。

[0035] 将制备的检测膜润湿后用于检测不锈钢表面铁污染,结果显示:1# 试样表面的检测膜中无橘红色产物出现;2# 试样表面的检测膜中在划痕的局部位置出现橘红色斑点,半小时后橘红色斑点仍未扩散;3# 试样整个检测膜表面均呈现橘红色。结果表明,该方法制备的检测膜可有效定位检测奥氏体不锈钢表面的铁污染。