**Настоящий международный стандарт был разработан в соответствии с международно признанными принципами стандартизации, определенными в Решениях о принципах разработки международных стандартов, руководств и рекомендаций, выпущенных Комитетом ВТО по техническим барьерам в торговле**

Обозначение: **E165/E165M – 18**

# Стандартный метод проведения капиллярной дефектоскопии для общей промышленности[1]

Настоящий стандарт издается под закрепленным за ним обозначением E165/E165M; цифра сразу после обозначения указывает на год первоначального утверждения или, в случае редакции, год последней редакции. Число в скобках указывает на год последнего переутверждения. Надстрочный индекс эпсилон (ε) указывает на редакторские поправки после последней редакции или переутверждения.

*Настоящий стандарт одобрен для использования агентствами Министерства обороны США.*

**1. Область применения***

1.1 В данном методе[2] описана процедура капиллярной дефектоскопии. Капиллярная дефектоскопия является методом неразрушающего контроля, который используется для выявления таких несплошностей поверхности, как щели, рубцы, впадины, холодные спаи, усадочные трещины, расслоения в результате протека или несплавления, и применим к промежуточным, окончательным и эксплуатационным проверкам. Этот метод может эффективно использоваться при проверках непористых, металлических материалов, железистых и нежелезистых металлов, таких неметаллических материалов, как непористая глазурованная или полностью уплотненная керамика, а также определенные непористые виды пластика и стекло.

1.2 Данный метод так же содержит ссылку:

1.2.1 По которой рекомендуемый или требуемый отдельными организациями процесс капиллярной дефектоскопии может быть пересмотрен с целью установления его целесообразности и завершенности.

1.2.2 Для использования в процессе подготовки технологических спецификаций и методик, касающихся проверки материалов и опытных образцов методом капиллярной дефектоскопии. Настоятельно рекомендуется соглашение с заказчиком, запросившим капиллярную дефектоскопию. Все аспекты данного метода могут обсуждаться, между компетентной инженерно-технической организацией и компанией-поставщиком, либо изменяться по указанию данной инженерно-технической организации.

1.2.3 Для использования в организациях, располагающих оборудованием и персоналом, имеющим отношение к капиллярной дефектоскопии.

1.3 Данный метод не указывает и не предлагает критериев для оценки индикаторных следов, полученных при помощи капиллярной дефектоскопии. Тем не менее, следует отметить, что после обнаружения индикаторных следов, их нужно обработать, систематизировать и затем дать им оценку. Для этих целей должен существовать отдельный алгоритм, стандарт или особый протокол для определения типа, размера, места расположения и направления расположения индикаторных следов, которые считаются приемлемыми, и тех, которые считаются неприемлемыми.

1.4 *Единицы измерения* - Значения, указанные в единицах СИ или в дюймо-фунтах, рассматриваются по отдельности как стандартные. Значения, указанные в каждой системе, могут не являться точными эквивалентами; вследствие этого, каждая система должна рассматриваться отдельно от других. Объединение значений из двух систем может привести к несоответствию стандарту.

*1.5 В данном стандарте не рассматриваются все проблемы безопасности, связанные с его применением, если таковые имеются. Пользователь данного стандарта несет ответственность за установление соответствующих техник безопасности и охраны здоровья, а также определение применимости нормативных ограничений перед использованием настоящего документа.*

*1.6 Настоящий международный стандарт был разработан в соответствии с международно признанными принципами по стандартизации, учрежденными в Решении о принципах разработки Международных стандартов, Руководств и Рекомендаций, издаваемых Комитетом по техническим барьерам в торговле (ТВТ) Всемирной торговой организации.*

**2. Справочные документы**

2.1 Стандарты ASTM (Американского общества по испытания и материалам)[3]

D129 Методика определения содержания серы в нефтепродуктах (общий метод с помощью устройства разложения высокого давления)

D329 Спецификация на ацетон

D770 Спецификация на изопропиловый спирт

D808 Методика определения хлора в новых и отработанных нефтепродуктах (с помощью устройства разложения высокого давления)

D1193 Спецификация на лабораторную воду

D1552 Методика определения содержания серы в нефтепродуктах с помощью высокотемпературного горения и обнаружения по ИК излучению или по определению теплопроводности

D4327 Методика измерения концентрации анионов в воде с помощью ионной хроматографии с химическим подавлением

E433 Стандартные эталонные фотографии для проведения испытаний проникающей жидкостью

E516 Методика тестирования детекторов теплопроводности в газовой хроматографии

E543 Типовые требования к органам, проводящим неразрушающие испытания

E1208 Методика капиллярной дефектоскопии с применением люминесцентной жидкости и последующим использованием липофильной эмульсии

E1209 Методика капиллярной дефектоскопии с применением люминесцентного водосмываемого пенетранта

E1210 Метод капиллярной дефектоскопии с применением люминесцентной проникающей жидкости и с последующим использованием гидрофильной эмульсии

E1219 Методика капиллярной дефектоскопии с применением люминесцентной проникающей жидкости и с использованием удаляемого растворителем пенетранта

E1220 Методика капиллярной дефектоскопии с применением цветного метода и удаляемого растворителем пенетранта

[1] Данный метод испытания находится под контролем Комитета ASTM (Американское общество по испытаниям и материалам) E075 по неразрушающему контролю и под прямой ответственностью Подкомитета E07.03 по проникающим жидкостям и магнитнопорошковым методам.

Текущее издание утверждено 15 ноября 2018 г. Опубликовано в январе 2019 г. Первоначально утверждено в 1960 г. Последнее предыдущее издание утверждено в 2012 г. как E165/E165M – 12. Цифровой идентификатор объекта (DOI): 10.1520/E0165_E0165M-18.

[2] Области применения Норм и правил по котлам и корпусам под давлением см. соответствующий метод испытаний SE-165 в этих Нормах.

[3] Ознакомиться с приведенными ниже стандартами ASTM можно на сайте ASTM www.astm.org или обратитесь в Отдел ASTM по работе с клиентами по электронной почте service@astm.org. Информацию относительно «Ежегодного сборника стандартов ASTM» можно найти на сайте ASTM в разделе Document Summary (Обзор документов) стандартов.

E1316 Терминология неразрушающей дефектоскопии
E1418 Методика капиллярной дефектоскопии с применением цветного метода и водосмываемого пенетранта
E2297 Руководство к использованию источников УФ-А и видимого освещения и счетчиков, используемых в методах капиллярной дефектоскопии и магнитопорошкового методов
E3022 Порядок расчета эмиссионных характеристик и требований к светодиодным и УФ-А лампам, используемым при капиллярной дефектоскопии с люминесцентной проникающей жидкостью и в магнитно-порошковой дефектоскопии
*2.2 Стандарты ASNT:*[4]
SNT-TC-1A Практические рекомендации по квалификации и тестированию персонала, работающего в сфере неразрушающего контроля
ANSI/ASNT CP-189 Стандарты квалификации и тестирования персонала, работающего в сфере неразрушающего контроля
*2.3 Стандарты ISO:*[5]
ISO 9712 Неразрушающий контроль – квалификация и тестирования персонала, работающего в сфере неразрушающего контроля, общие принципы
*2.4 Стандарт APHA:*[6]
429 Методики анализа воды и сточных вод
*2.5 Стандарт AIA:*[7]
NAS-410 Квалификация и тестирование персонала, работающего в сфере неразрушающего контроля
*2.6 Стандарты SAE:*[8]
AMS 2644 Проникающее вещество для контроля
QLP-AMS-2644 Проникающие вещества для контроля, отвечающие техническим требованиям

## 3. Терминология

3.1 Термины и определения, имеющие отношение к капиллярной дефектоскопии, присутствующие в Терминологии E1316, применимы к терминам, используемым в данном документе.

Примечание 1. Во всем документе термин *лампа черного света* изменен на *лампа ультрафиолетового света* с целью приведения в соответствие с самой последней терминологией E1316. Лампа черного света может означать широкий спектр ультрафиолетового излучения – при проведении же испытаний люминесцентной проникающей жидкостью используется только лампа ультрафиолетового света.

## 4. Сущность метода

4.1 Проникающая жидкость может иметь в составе видимый или флуоресцирующий материал. Проникающая жидкость наносится равномерным слоем на исследуемую поверхность и оставляется до проникновения в несплошности поверхности. По истечении соответствующего времени излишняя проникающая жидкость удаляется с поверхности. Для извлечения оставшейся проникающей жидкости из несплошностей и протравления проявителя, наносится проявитель. Затем тестируемая поверхность проверяется на наличие или отсутствие индикаторного следа.

Примечание 2. По согласованию между сторонами по договору проявитель может не использоваться.

Примечание 3. Контроль флуоресцирующим пенетрантом не проводится после визуального контроля с пенетрантом кроме тех случаев, когда на проведение данной процедуры получено разрешение в соответствии с п. 10.2, т. к. видимые красители могут вызвать ухудшение или ослабление флуоресцирующих красителей.

4.2 Параметры обработки, такие как предварительная очистка поверхности, время контакта пенетранта с поверхностью, а также методы удаления излишка пенетранта зависят от используемых материалов, свойств опытного образца (размер, форма, состояние поверхности, наличие примеси) и вида ожидаемой несплошности.

## 5. Значимость и использование

5.1 Методы капиллярной дефектоскопии определяют наличие, местонахождение и, в ограниченных пределах, природу и величину найденных несплошностей. Каждый метод капиллярной дефектоскопии был создан для использования в особых случаях, например, для объектов жизнеобеспечения, особого объема образцов, особые условия переноски, особое расположение области исследования.

## 6. Классификация пенетрантов и методов контроля

6.1 Методы капиллярной дефектоскопии и используемые материалы классифицированы в соответствии с AMS 2644, как указано в Таблице 1.

6.2 *Капиллярная дефектоскопия с применением люминесцентного метода (Тип I).* Данный тип контроля использует пенетранты, которые ярко светятся под действием УФ-А-излучения.

6.3 *Капиллярная дефектоскопия с применением цветного метода (Тип II).* Данный тип контроля использует пенетрант, который можно увидеть при свете в видимой части спектра. Пенетрант обычно имеет красный цвет для того, чтобы получающийся в результате индикаторный след хорошо контрастировал с белым фоном проявителя. Видимый индикаторный след, полученный с применением цветного метода, должен просматриваться при соответствующем свете в видимой части спектра.

## 7. Материалы

7.1 Материалы, применяемые для капиллярной дефектоскопии, включают в себя люминесцентные или цветные пенетранты, эмульгаторы (на масляной и водной основе), очистители (водорастворимые и на основе растворителя), а также проявители (порошковый, водный и неводный). Линейка материалов для капиллярной дефектоскопии состоит из подходящего пенетранта и эмульгатора, как рекомендовано производителем. Любой жидкий пенетрант, очиститель и проявитель, присутствующий в QPL-AMS-2644, может быть использован, невзирая на рекомендации производителя. Пенетранты и эмульгаторы должны относиться к одной линейке продуктов; использование пенетранта и эмульгатора разных производителей или линеек продуктов строго запрещено.

Примечание 4. Особые требования к содержанию серы, галогенов и щелочных металлов приводятся в п. 9.1.

[4] Доступно в Обществе автомобильных инженеров (SAE), по адресу: штат Пенсильвания, 15096-0001 Уоррендэйл, Коммонвэлс-Драйв, д. 400, http://www.sae.org.
[5] Доступно в Американском национальном институте стандартизации (ANSI), по адресу: штат Нью-Йорк,10036 г. Нью-Йорк, 25 W 43-Стрит, 4-й этаж, http://www.ansi.org.
[6] Доступно в Американской ассоциации здравоохранения, Издательский офис, по адресу: округ Колумбия, 20005 г. Вашингтон, северо-западный квадрант, Фифтинс-Стрит, д. 1015.
[7] Доступно в Американской ассоциации аэрокосмической промышленности (AIA), по адресу: штат Виргиния, 22209-3928 Арлингтон, Бульвар Вилсон, д. 1000, апартаменты 1700, http://www.aia-aerospace.org.
[8] Доступно в Обществе автомобильных инженеров (SAE), по адресу: штат Нью-Йорк,10036 г. Нью-Йорк, 25 W 43-Стрит, 4-й этаж, http://www.sae.org.

| ТАБЛИЦА 1 Классификация типов и методов капиллярной дефектоскопии |
|---|
| Тип I— Капиллярная дефектоскопия с применением люминесцентного метода |
| Метод A—Водосмываемые (см. Методику E1209) |
| Метод B—Пост-эмульсионные, липофильные (см. Методику E1208) |
| Метод C—Удаляемые растворителями (см. Методику E1219) |
| Метод D— Пост-эмульсионные, гидрофильные (см. Методику E1210) |
| Type II— Капиллярная дефектоскопия с применением цветного метода |
| Метод A— Водосмываемые (см. Методику E1418) |
| Метод C— Удаляемые растворителями (см. Методику E1220) |

Примечание 5. В то время как утвержденные пенетранты не оказывают вредное влияние на общеизвестные материалы с металлическими свойствами, некоторые виды пластика и резины могут набухать или окрашиваться под воздействием определенных пенетрантов.

7.2 *Пенетранты*:

7.2.1 *Пост-эмульсионные пенетранты* нерастворимы в воде и их нельзя удалить простым промыванием водой. Они разработаны таким образом, что их можно выборочно удалить с поверхности при помощи специального эмульгатора. При нанесении правильным образом и по истечении необходимого времени эмульгирования эмульгатор соединяется с излишком пенетранта на поверхности и формирует водосмываемую смесь, которую можно смыть с поверхности, удалив излишки люминесцентного вещества. Необходимое для эмульгирования время должно быть установлено опытным путем и соблюдаться для того, чтобы чрезмерное эмульгирование не привело к потере индикаторного следа.

7.2.2 *Водосмываемые пенетранты* разработаны таким образом, чтобы их можно было смыть с поверхности опытного образца непосредственно водой по истечении соответствующего времени контакта пенетранта с поверхностью. Поскольку эмульгатор воздействует на пенетрант, водосмываемые пенетранты могут быть вымыты из несплошностей в случае слишком длительной или слишком интенсивной промывки. Поэтому необходимо осуществлять должный контроль над процессом удаления излишков пенетранта с поверхности во избежание его вымывания. Некоторые пенетранты более восприимчивы к вымыванию, поэтому следует проявлять осторожность.

7.2.3 *Пенетранты, удаляемые растворителями*, разработаны так, что большинство излишнего пенетранта с поверхности можно удалить вытиранием. Оставшееся количество следует удалять при помощи растворителя (см п. 8.6.4). Чтобы предотвратить удаление пенетранта из несплошностей, применять растворитель следует с осторожностью. Промывка поверхности струей растворителя с целью удаления излишнего пенетранта запрещена во избежание вымывания индикаторных следов.

7.3 *Эмульгаторы:*

7.3.1 *Липофильные эмульгаторы* – это смешивающиеся с маслами жидкости, используемые для эмульгирования пост-эмульсионных пенетрантов на поверхности опытного образца и делающие их водосмываемыми. Определение времени, необходимого для эмульгирования, обусловлено индивидуальными характеристиками эмульгатора и пенетранта, а также геометрическими признаками и шероховатостью поверхности материала опытного образца.

7.3.2 *Гидрофильные эмульгаторы* – это водорастворимые жидкости, используемые для эмульгирования избыточного количества пост-эмульсионных пенетрантов на поверхности опытного образца и делающие их водосмываемыми. Данные эмульгаторы, имеющие водную основу (очищающие средства типа детергентов) поставляются в виде концентратов, которые разводятся водой и используются как раствор для погружения или в виде спрея. Концентрация, способ использования и эксплуатация должны соответствовать рекомендациям производителя.

7.3.2.1 Действие гидрофильных эмульгаторов основано на вытеснении излишков пленки, образуемой пенетрантом, с поверхности опытного образца под действием детергента. Сила воздействия спрея или пневматического / механического перемешивания в открытом баке для погружения оказывает очищающее действие, а детергент вытесняет пленку, образованную пенетрантом, с поверхности опытного образца. Определение времени, необходимого для эмульгирования, обусловлено индивидуальными характеристиками эмульгатора и пенетранта, а также геометрическими признаками и шероховатостью поверхности материала опытного образца. Концентрацию эмульгатора нужно контролировать еженедельно при помощи соответствующего рефрактометра.

7.4 *Растворители.* Действие растворителей основано на растворении пенетранта, что дает возможность начисто вытирать поверхность, не оставляя на ней его излишков.

7.5 *Проявители.* Проявители образуют полупрозрачное или поглощающее белый свет покрытие, которое способствует проявлению пенетранта на поверхности несплошности за счет окрашивания, тем самым повышая видимость индикаторного следа.

7.5.1 *Сухие проявители.* Сухие проявители используются в таком виде, в каком поставляются, то есть, сыпучего, неслипающегося порошка (см. п. 8.8.1). Следует проявлять осторожность, чтобы не допустить попадания люминесцирующего пенетранта в проявитель, поскольку частицы проявителя, в который попал пенетрант, могут произвести впечатление индикаторного следа.

7.5.2 *Водные проявители.* Водные проявители обычно поставляются в виде сухих порошков, из которых либо приготовляется суспензия (водосуспензионный проявитель), либо они растворяются в воде (водорастворимый проявитель). Концентрация, способ использования и эксплуатация должны соответствовать рекомендациям производителя. Водорастворимые проявители не используются с пенетрантами II или I типа, а также пенетрантами Метода А.

Примечание 6. При неправильном нанесении и регулировании водные растворители могут вызвать отслоение индикаторного следа. Процедура должна соответствовать требованиям, указанным в п. 10.2.

7.5.3 *Неводные мокрые проявители.* Неводные мокрые проявители поставляются в виде суспензий мелких частиц проявителя в неводном растворителе, готовые к использованию. Неводные мокрые проявители распыляются на поверхности и при высыхании образуют тонкий слой на поверхности опытного образца. Данный тонкий слой служит проявляющей средой.

Примечание 7. Данный вид проявителя должен наноситься только распылением.

7.5.4 *Жидкие пленочные проявители.* Это растворы или коллоидные суспензии смол / полимеров в соответствующем растворителе. Данные проявители образуют прозрачное или полупрозрачное покрытие на поверхности опытного образца. Определенные виды пленочных проявителей можно отделить от опытного образца и сохранить (см. п. 8.8.4).

**8. Описание процесса**

8.1 Следующие параметры обработки применимы как к капиллярной дефектоскопии с применением люминесцентного метода, так и к капиллярной дефектоскопии с применением цветного метода.

8.2 *Температурные ограничения.* Температура пенетранта и поверхности опытного образца должна быть в пределах 40° и 125° по Фаренгейту (в пределах между 4°C и 52°C), либо процесс должен проводиться в соответствии с требованиями по температуре, описанным в п.10.2.

8.3 *Последовательность испытаний.* Последнее испытание пенетрантом при проведении капиллярной дефектоскопии должно быть проведено после завершения всех операций, которые могут вызвать несплошности на поверхности, либо операций, которые могут выявить несплошности, ранее не выходящие на поверхность. К таким операциям относятся (помимо прочих) шлифовка, спайка, выпрямление, механическая обработка и тепловая обработка. Удовлетворительные результаты испытания можно получить на поверхностях в состоянии после сварки, после прокатки, после отливки, после ковки, либо на керамических поверхностях в уплотненном состоянии.

8.3.1 *Обработка поверхности*. Окончательный контроль пенетрантом может быть проведен до осуществления мероприятий, которые могут привести к загрязнению поверхности, но сами по себе не могут быть причиной ее несплошности. К таким мероприятиям относятся (помимо прочих) мокрая пескоструйная обработка, зачистка заусенцев, шлифование, полирование, обдувка песком или притирка (лапингование). Проведение окончательного контроля пенетрантом после такой обработки поверхности делает необходимым травление опытных образцов с целью удаления загрязненного металла с поверхности до проведения контроля, если иное не оговорено сторонами по договору. Следует иметь в виду, что проведение окончательного контроля всегда должно предшествовать очистке поверхности.

Примечание 8. Обдувка песком или дробеструйная обработка могут закрыть несплошности, поэтому, чтобы избежать такого закрытия, следует соблюдать предельную осторожность. Тем не менее, при определенных обстоятельствах может быть допустимо проведение пескоструйной обработки при определенном давлении воздуха и/или в определенных средах без последующего травления, когда это согласовано сторонами по договору.

Примечание 9. Подготовка поверхности керамики строительного назначения или керамики для электронной аппаратуры к тестированию пенетрантом при помощи шлифования, пескоструйной очистки и травления не рекомендуется из-за потенциальной возможности повреждения.

8.4 *Предварительная очистка*. Успех любой процедуры контроля пенетрантами в значительной степени зависит от окружающей поверхности и отсутствия каких-либо загрязнителей (твердых или жидких) на несплошности, что может помешать процессу контроля с помощью пенетранта. Все опытные образцы или участки образцов, подлежащие проверке, перед нанесением пенетранта должны быть чистыми и сухими. Если контролю подлежит только часть образца, например, сварной шов, включая зону воздействия высоких температур, все загрязнители на подлежащей контролю части следует удалить в соответствии с тем, как определено сторонами по договору. Понятие «Чистый» подразумевает, что на поверхности не должно быть ржавчины, нагара, сварочного флюса, сварочных брызг, смазки, красящего вещества, масляной пленки, грязи и тому подобного, что может помешать процессу контроля пенетрантами. Все эти загрязнители могут помешать пенетранту проникать в несплошности (см. Дополнение по Очистке опытных образцов и материалов).

8.4.1 *Просушивание после очистки*. Необходимо тщательно просушить поверхность образца после очистки, поскольку остатки любой жидкости будут препятствовать проникновению пенетранта в несплошности. Просушивание может быть завершено прогреванием образца в сушильном шкафу при помощи инфракрасных ламп, горячего воздуха или воздействием температуры окружающей среды.

Примечание 10. Вещества, оставшиеся после процесса очистки, например, сильнощелочные, растворы для травления, и особенно хроматы могут вступить в нежелательную реакцию с пенетрантом и уменьшить его чувствительность и эффективность функционирования.

8.5 *Нанесение пенетранта*. После очистки опытного образца и при соблюдении установленного температурного режима пенетрант наносится на тестируемую поверхность таким образом, чтобы им был покрыт весь образец или вся тестируемая область. К методам нанесения пенетранта относятся погружение, нанесение кистью, обливание и распыление. Небольшие образцы часто помещаются в подходящие короба и опускаются в резервуар с пенетрантом. На большие образцы или образцы сложной геометрической формы пенетрант успешно наносится кистью или спреем. И традиционные, и электростатические распылители эффективны при нанесении жидких пенетрантов на поверхности опытных образцов. Не все пенетранты подходят для нанесения при помощи электростатических распылителей, поэтому перед использованием нужно провести тесты. Нанесение пенетранта при помощи электростатических распылителей может устранить избыточную жидкость, образовавшуюся на образце при использовании пенетранта, снизить излишнее напыление и минимизировать количество пенетранта, попадающего в полые каналы, которые могут стать вместилищем для пенетранта, что в свою очередь вызывает серьезные проблемы с выходом пенетранта на поверхность во время испытаний. Аэрозоли удобны при переноске и подходят для местного применения.

Примечание 11. При использовании распылителей важно наличие достаточной вентиляции. Обычно этого можно достичь при помощи правильно сконструированной распылительной камеры и системы вытяжной вентиляции.

8.5.1 *Время пропитки*. После нанесения дайте пенетранту стечь с образца (следует с осторожностью следить за тем, чтобы на поверхности образца не образовывались скопления пенетранта) и выдержите необходимое для контакта пенетранта с поверхностью время (см. Таблицу 2). Длительность времени, в течение которого пенетрант должен контактировать с поверхностью образца, чтобы обеспечить необходимое проникновение, должно соответствовать времени, указанному производителем. Тем не менее, в Таблице 2 даны инструкции по выбору времени пропитки для разных материалов, форм и видов несплошностей. Максимальное время пропитки не должно быть больше, чем время, обозначенное производителем; если максимальное время не указано, оно не должно быть больше 2 часов, за исключением случаев, когда пенетрант применяется повторно в случае необходимости.

8.6 *Удаление пенетранта*

8.6.1 *Водосмываемые пенетранты (Метод А)*:

8.6.1.1 *Удаление водосмываемых пенетрантов*. После истечения требуемого времени пропитки нужно удалить излишки пенетранта с тестируемой поверхности при помощи воды. Они могут быть удалены вручную при помощи распыления или вытиранием поверхности образца смоченной тканью, автоматическими или полуавтоматическими водоразбрызгивателями или погружением в воду. Для промывки погружением образцы полностью погружаются в водяную ванну с пневматическим или механическим перемешиванием.

**ТАБЛИЦА 2 РЕКОМЕНДУЕМОЕ МИНИМАЛЬНОЕ ВРЕМЯ ПРОПИТКИ**

| Материал | Форма | тип несплошности | Время пропитки[A] (минуты) | |
|---|---|---|---|---|
| | | | Пенетрант[B] | Проявитель[C] |
| Алюминий, магний, сталь, медь и бронза, титан и высокотемпературные сплавы | литье и сварка | холодные спаи, пористость, несплавления, трещины (все формы) | 5 | 10 |
| | кованые материалы – горячее прессование, штамповка, листы | складки, трещины (все формы) | 10 | 10 |
| Твердосплавные инструменты | | несплавления, пористость, трещины | 5 | 10 |
| Пластик | все формы | трещины | 5 | 10 |
| Стекло | все формы | трещины | 5 | 10 |
| Керамика | все формы | трещины, пористость | 5 | 10 |

[A] Для диапазона температур от 50° до 125° по Фаренгейту [от 10°C до 52°C]. Для диапазона от 40° до 50° по Фаренгейту [от 4,4°C до 10°C] рекомендуется минимальное время пропитки 20 минут.
[B] Максимальное время пропитки пенетрантом – в соответствии с п. 8.5.1.
[C] Время проявления начинается сразу после высыхания слоя мокрого проявителя на поверхности образцов (рекомендуемый минимум). Максимальное время пропитки – в соответствии с п. 8.8.5.

*(a)* Температура воды должна поддерживаться на уровне от 50° до 100° по Фаренгейту [от 10°C до 38°C].

*(b)* Давление воды для струйной промывки не должно превышать 40 фунтов на квадратный дюйм [275 кПа]. При использовании распылителей воды или сжатого воздуха давление воздуха не должно превышать 25 фунтов на квадратный дюйм [172 кПа].

Примечание 12. Следует избегать чрезмерной промывки. Чрезмерная промывка может привести к вымыванию пенетранта из несплошностей; наконечники водораспылителя следует держать не ближе 12 дюймов [30 см] от поверхности, если нет физических ограничителей. При использовании капиллярной дефектоскопии с применением люминесцентного пенетранта следует проводить промывание вручную при УФ-А освещении, благодаря чему можно определить, когда пенетрант должным образом удален с поверхности.

8.6.2 *Использование липофильных эмульгаторов (Метод B):*
8.6.2.1 *Нанесение липофильного эмульгатора*. После истечения необходимого времени пропитки нужно удалить избыток пенетранта с поверхности образца при помощи погружения или заливки образцов требуемым эмульгатором (эмульгатор соединяется с избытком пенетранта на поверхности и делает эту смесь водосмываемой). Липофильный эмульгатор нельзя наносить распылителем или кистью, кроме того, во время погружения образец и эмульгатор нельзя встряхивать. После нанесения эмульгатора нужно дать образцам обтечь и расположить их так, чтобы эмульгатор не скапливался на поверхности образца(ов).
8.6.2.2 *Время эмульгирования*. Период эмульгирования начинается сразу после нанесения эмульгатора. Длительность времени, когда эмульгатор может оставаться на поверхности образца и контактировать с пенетрантом, зависит от вида используемого эмульгатора и шероховатости поверхности. Номинально время эмульгирования должно быть таким, какое рекомендовано производителем. Фактическое время эмульгирования должно определяться для каждого случая экспериментально. Характер поверхности (шероховатость) является существенным фактором при выборе эмульгатора и времени эмульгирования. Для того, чтобы достичь приемлемого фона, длительность контакта должна оставаться минимальной и не превышать 3 минут.
8.6.2.3 *Последующая промывка.* Эффективное смывание пост-эмульгированного пенетранта с поверхности может осуществляться при помощи приводимого вручную, полуавтоматического или автоматического оборудования для погружения в воду, либо оборудования для струйной промывки, либо комбинации этих видов.
8.6.2.4 *Погружение*. Для последующей промывки при помощи погружения образцы полностью погружаются в водяную ванну с пневматическим или механическим перемешиванием. Время нахождения образца в ванне должно быть минимальным и необходимым для удаления пост-эмульгированного пенетранта. Кроме того, температура воды должна поддерживаться на уровне от 50° до 100° по Фаренгейту [от 10°C до 38°C]. Любая необходимая завершающая промывка после смывания погружением должна производиться в соответствии с требованиями п. 8.6.2.5.
8.6.2.5 *Последующая струйная промывка*. Эффективная последующая струйная промывка после эмульгирования также может выполняться струйной промывкой вручную или с помощью автоматического оборудования для струйной промывки. Температура воды должна поддерживаться на уровне от 50° до 100° по Фаренгейту [от 10°C до 38°C]. Давление воды при струйной промывке не должно превышать 40 фунтов на квадратный дюйм [275 кПа] при использовании пистолета-распылителя с ручным управлением. При использовании распылителей воды или сжатого воздуха давление воздуха не должно превышать 25 фунтов на квадратный дюйм [172 кПа].
8.6.2.6 *Эффективность промывки*. В случае, если эмульгирование и заключительная промывка не дали эффекта, о чем свидетельствует наличие остатков избыточного пенетранта на поверхности после эмульгирования и промывки; необходимо повторно тщательно очистить и подвергнуть образец полной повторной обработке.
8.6.3 *Гидрофильное эмульгирование (Метод D):*
8.6.3.1 *Нанесение гидрофильного очистителя*. По истечении необходимого времени пропитки пенетрантом образцы перед нанесением гидрофильного эмульгатора можно предварительно промыть водой. Такое предварительное промывание создает возможность для удаления избытков пенетранта с поверхности образцов перед эмульгированием для того, чтобы минимизировать попадание пенетранта в ванну с гидрофильным эмульгатором, что увеличивает срок ее эксплуатации. Нет необходимости предварительно промывать образец, если эмульгатор наносится при помощи спрея.
8.6.3.2 *Контроль предварительной промывки*. Эффективная предварительная промывка образцов осуществляется струйной промывкой вручную или с помощью полуавтоматического или автоматического оборудования для струйной промывки. Давление воды при струйной промывке не должно превышать 40 фунтов на квадратный дюйм [275 кПа] при использовании пистолета-распылителя с ручным управлением или водно-воздушных распылителей. При использовании водно-воздушных распылителей давление воздуха не должно превышать 25 фунтов на квадратный дюйм [172 кПа]. Рекомендуется использование воды, не содержащей загрязнителей, которые могут засорить струйные форсунки или оставить осадок на образцах.
8.6.3.3 *Нанесение эмульгатора.* Остаточный пенетрант на поверхности образца(ов) должен быть эмульгирован погружением образца(ов) в ванну с непрерывным перемешиванием с гидрофильным эмульгатором, либо орошением образца(ов) растворами воды / эмульгатора, тем самым делая оставшийся избыточный пенетрант на поверхности водосмываемым для заключительного промывания. Время эмульгирования нужно отсчитывать сразу после нанесения эмульгатора. Длительность времени, в течение которого эмульгатор может оставаться на поверхности образца и контактировать с пенетрантом, зависит от вида применяемого эмульгатора и шероховатости поверхности. В каждом отдельном случае время эмульгирования определяется экспериментальным путем. Характер поверхности (шероховатость) является существенным фактором при определении времени эмульгирования для конкретного эмульгатора. Длительность контакта при эмульгировании должна сводиться к возможному минимуму, который согласуется с приемлемым фоном, и не превышать 2 минут.
*(a) Погружение.* При нанесении способом погружения образцы полностью погружаются в ванну с эмульгатором. Концентрация гидрофильного эмульгатора должна соответствовать рекомендациям производителя, кроме того, ванна или образец должны подвергаться осторожным перемешивающим колебаниям при помощи воздуха или механическим способом на протяжении всего цикла. Для достижения приемлемого фона нужно использовать минимальное время, но время пропитки не должно превышать 2 минуты, если иное не согласовано сторонами по договору.
b) Нанесение распыленной струей (струйное нанесение). В случае струйного нанесения следует равномерно и одинаково распылить раствор воды / эмульгатора по поверхностям всех образцов, что позволит эффективно эмульгировать оставшийся на поверхности образцов пенетрант и сделать его водосмываемым. Концентрация эмульгатора для струйного нанесения должна отвечать рекомендациям производителя, но не должна превышать 5%. Давление воды при струйном нанесении должно быть менее 40 фунтов на квадратный дюйм [275 кПа]. Для достижения приемлемого фона длительность контакта с эмульгатором должна сводиться к минимуму и не превышать 2 минут. Температура воды должна поддерживаться на уровне от 50° до 100° по Фаренгейту [от 10°C до 38°C].
8.6.3.4 *Последующее смывание пенетранта, эмульгированного гидрофильным эмульгатором*. Эффективное последующее смывание эмульгированного пенетранта с поверхности может быть осуществлено использованием приводимого вручную или автоматического оборудования для струйной промывки, погружением в воду или комбинациями этих методов. Общее время смывания не должно превышать 2 минуты независимо от количества используемых методов смывания.
*(a) Последующее смывание погружением.* При использовании метода промывки погружением с перемешиванием время нахождения образца(ов) в ванне должно быть минимальным

необходимым для удаления эмульгированного пенетранта и не должно превышать 2 минуты. Кроме того, температура воды должна поддерживаться на уровне от 50° до 100° по Фаренгейту [от 10°C до 38°C]. Нужно осознавать, что после смывания погружением может потребоваться заключительное смывание, но общее время смывания все равно не должно превышать 2 минуты.

*(b) Последующая струйная промывка*. Эффективная последующая струйная промывка после эмульгирования также может выполняться струйной промывкой с помощью приводимого вручную, полуавтоматического или автоматического оборудования для струйной промывки. Давление воды при струйной промывке не должно превышать 40 фунтов на квадратный дюйм [275 кПа] при использовании пистолета-распылителя с ручным управлением или водно-воздушных распылителей. При использовании водно-воздушных распылителей давление воздуха не должно превышать 25 фунтов на квадратный дюйм [172 кПа]. Температура воды должна поддерживаться на уровне от 50° до 100° по Фаренгейту [от 10°C до 38°C]. Время струйной промывки должно быть менее 2 минут, если не оговорено иное.

8.6.3.5 *Эффективность смывания*. В случае, если эмульгирование и заключительные этапы промывки не дали эффекта, о чем свидетельствует наличие остатков избыточного пенетранта на поверхности после эмульгирования и промывки; необходимо повторно тщательно очистить и подвергнуть образец полной повторной обработке.

8.6.4 Удаление пенетранта с помощью растворителя (Метод C). После истечения требуемого времени пропитки излишки пенетранта удаляются вытиранием сухой чистой безворсовой тканью. После этого слегка смоченной в растворителе чистой безворсовой тканью удалите с поверхности оставшиеся следы пенетранта и убедитесь в их отсутствии при УФ-А освещении для люминесцентного метода и при свете в видимой части спектра для цветного метода. В заключении удалите остатки растворителя сухой чистой тканью. Чтобы избежать извлечения пенетранта из несплошностей, вытирать нужно осторожными движениями. Гладкие поверхности достаточно протереть чистой сухой тканью. Обливание поверхности струей растворителя после нанесения пенетранта и перед проявлением запрещена.

8.7 *Сушка*. Независимо от вида пенетранта и метода его использования обязательно проведение сушки поверхности образца(ов) перед нанесением сухих или неводных проявителей, либо после нанесения водного проявителя. Время сушки зависит от вида сушки, а также от размера, основных качеств, геометрической формы и количества обрабатываемых образцов.

8.7.1 *Параметры сушки*. Изделия должны быть высушены воздухом при комнатной температуре или в сушильной камере. Сушку при комнатной температуре можно дополнять использованием вентиляторов. Температура при сушке в камере не должна быть выше 160° по Фаренгейту [71°C]. Время сушки определяется как необходимое для достаточного высушивания образца. После сушки изделия нужно извлечь из сушильной камеры. Нельзя помещать в камеру изделия со следами воды или водных растворов / суспензий.

8.8 *Нанесение проявителя*. Существуют различные способы эффективного нанесения различных видов проявителей, например, посыпание, погружение, обливание или распыление. На выбор способа нанесения проявителя влияют форма проявителя, размер образца, конфигурация и шероховатость поверхности.

8.8.1 *Порошковый проявитель (Форма A)*. Порошковые проявители наносятся после высушивания образца таким образом, чтобы обеспечить полное покрытие интересующего участка. Образцы погружаются в контейнер с сухим проявителем или в воздушную взвесь порошкового проявителя. Также порошковый проявитель можно наносить на образцы с помощью ручного резинового распылителя или обычного либо электростатического пистолета для нанесения порошкового материала. Общепринятым и эффективным способом является нанесение порошкового проявителя в закрытой порошковой (пылевой) камере, что создает продуктивное и регулируемое облако порошка. Могут использоваться и другие способы, в зависимости от размера и геометрических характеристик образца, при условии, что порошок наносится равномерно на всю исследуемую поверхность. Излишки проявителя можно удалить отряхиванием или постукиванием по образцу, либо обдуванием сухим чистым сжатым воздухом под низким давлением не выше 5 фунтов на квадратный дюйм [34 кПа]. Порошковые проявители нельзя использовать с пенетрантами II типа.

8.8.2 *Водные проявители* (Формы B и C). Водорастворимые проявители (Форма B) запрещено использовать с пенетрантами II типа или пенетрантами I типа, Метода A. Водосуспензионные проявители (Форма C) могут использоваться с пенетрантами как I типа, так и II типа. Водные проявители можно наносить на образец сразу после удаления излишков пенетранта и до сушки. Водные проявители нужно готовить и поддерживать их пригодность к использованию в соответствии с инструкциями производителя и наносить таким образом, чтобы обеспечить полное и равномерное покрытие образца. Водные проявители можно наносить распылением, обливанием или погружением образца в ванну с подготовленным проявителем. Погружать нужно только образцы длиной, достаточной для покрытия проявителем всей поверхности, так как индикаторный след может исчезнуть, если образцы оставлены в ванне слишком долго. После извлечения образцов из ванны с проявителем нужно дать им обтечь. Дайте стечь всем излишкам проявителя из заглублений и щелей, чтобы исключить образование скоплений проявителя, что может затруднить обзор несплошностей. Высушите образцы в соответствии с п. 8.7. Высушенный проявитель имеет вид прозрачного или белого слоя на образце.

8.8.3 *Неводные мокрые проявители* (Формы D и E). После удаления излишков пенетранта и просушивания поверхности неводный мокрый проявитель наносится при помощи распылителя таким образом, чтобы обеспечить полное покрытие образца тонким ровным слоем проявителя. Проявитель наносится способом, подходящим к виду используемого пенетранта. При использовании видимых цветных пенетрантов проявитель наносится достаточно густо, чтобы обеспечить контрастный фон. При использовании люминесцентных пенетрантов проявитель наносится тонким слоем, чтобы получить полупрозрачное покрытие. Запрещено погружение или заливка образцов неводными проявителями, так как растворяющее действие этих проявителей может привести к вымыванию или растворению пенетранта из несплошностей.

Примечание 13. Пары летучего растворителя в проявителе могут быть опасны. Необходимо всегда обеспечивать надлежащую вентиляцию, в особенности тогда, когда проявитель наносится в закрытом помещении.

8.8.4 *Жидкий пленочный проявитель*. Наносится распылением, как рекомендовано производителем. На образцы проявитель следует распылять таким образом, чтобы обеспечить полное покрытие исследуемой области образца тонкой равномерной пленкой проявителя.

8.8.5 *Время проявления*. Длительность времени, в течение которого проявитель остается на поверхности образца до исследования не должна быть менее 10 минут. Время проявления начинается сразу после нанесения сухого порошкового проявителя или как только мокрый (водный или неводный) проявитель станет сухим (то есть, вода или растворитель испарятся досуха). Максимально допустимое время проявления должно быть 4 часа для сухого порошкового проявителя (Форма A), 2 часа для водного проявителя (Формы B и C) и 1 час для неводного проявителя (Формы D и E).

8.9 *Проверка результатов*. После прохождения требуемого времени проявления проведите проверку образцов под видимым светом или при УФ-А излучении, в зависимости от конкретного случая. Возможно, будет целесообразно

понаблюдать за вытеканием во время проявления, это может помочь при интерпретировании результатов. Светодиодные источники УФ-А освещения должны отвечать требованиям Методики E3022.

8.9.1 Проверка результатов при УФ-А освещении. Образцы, тестируемые при помощи люминесцентного пенетранта типа I, следует исследовать при УФ-А освещении в затемненном помещении. Интенсивность окружающего видимого света не должна превышать 2 фут-свечи [21,5 лк]. Окружающий свет измеряют при помощи соответствующего датчика видимого света на исследуемой поверхности, при выключенных источниках видимого света.

Примечание 14. Поскольку люминесцентные компоненты в пенетранте при прямом воздействии УФ-А освещения постепенно угасают, следует минимизировать прямое воздействие УФ-А излучения на исследуемый образец, в тех случаях, когда не производится удаление излишков пенетранта или не происходит оценка индикаторного следа.

8.9.1.1 *Контроль уровня УФ-А освещения.* УФ-А лампы должны давать минимальную интенсивность света 1000 мВт/см$^2$ на расстоянии 15 дюймов [38,1 см]. Эта интенсивность должна проверяться ежедневно, чтобы обеспечить требуемый выход (дополнительная информация в Стандарте E2297). Рефлекторы и фильтры тоже следует проверять ежедневно на предмет чистоты и целостности. Треснувшие или сломанные УФ-А фильтры следует немедленно заменять. Поскольку падение напряжения в сети может вызвать уменьшенную УФ-А светоотдачу с последующим нестабильным функционированием, при наличии фактов колебания напряжения следует использовать трансформатор-стабилизатор напряжения. Светодиодные источники УФ-А освещения, используемые для исследования образцов, должны ежедневно проверяться (либо, если они не используются ежедневно, то перед использованием), чтобы убедиться, что все элементы работают. Если какой-либо диодный элемент не работает, следует исправить это нарушение, либо заменить комплект. Чтобы провести эксплуатационную проверку, следует поместить белый лист бумаги над лампой и затем просмотреть, какой свет исходит от каждого диода. Светодиодные источники УФ-А освещения работают на полную яркость при включении питания, а при стабилизации лампы, яркость может снизиться.

Примечание 15. Определенные УФ-А лампы высокой интенсивности могут излучать нежелательное количество видимого света, что может привести к исчезновению люминесцентных признаков. Следует следить за тем, чтобы использовались только лампы, подходящие для целей исследования с использованием люминесцентного пенетранта.

8.9.1.2 *Разогрев УФ-А ламп.* Если производителем не указано иное, следует дать УФ-А лампам нагреться в течение как минимум 10 минут перед использованием или измерением их яркости. Светодиодные источники УФ-А освещения не требуют предварительного разогревания.

8.9.1.3 *Зрительная адаптация.* Персоналу, исследующему образцы после обработки пенетрантом, следует находиться хотя бы 1 минуту в затемненном помещении до начала исследования. При некоторых обстоятельствах может потребоваться более долгое время. Нельзя надевать фотохромные или затемненные линзы во время обработки и исследования образцов.

8.9.2 *Исследования при видимом свете.* Образцы, тестируемые при помощи цветного пенетранта типа II, следует исследовать либо при естественном, либо при искусственном видимом свете. Чтобы обеспечить соответствующую чувствительность исследования, требуется надлежащее освещение. Минимальная интенсивность лампы на исследуемой поверхности должна составлять 100 фут-свечей [1076 лк] (дополнительная информация в Стандарте E2297).

8.9.3 Поддержание чистоты и порядка. На месте испытаний не должно быть мешающих работе посторонних предметов, в том числе, остатков люминесцентных веществ и предметов.

8.9.4 *Проверка индикаторного следа.* Только в отношении исследований I типа, общей практикой является проверка индикаторного следа путем протирания его смоченным в растворителе тампоном, кистью или безворсовой тканью, давая ему высохнуть, и повторно нанося проявитель на данную область. Время повторного проявления может занимать минимум 10 минут, за исключением случаев использования неводного проявителя, в этом случае время проявления составляет минимум 3 минуты. Если индикаторный след не появляется вновь, первоначальный индикаторный след может считаться ошибочным. Данная процедура может выполняться до 2 раз в отношении любых первичных индикаторных следов. Общепринятыми растворителями являются изопропиловый спирт Спецификации D770 и ацетон Спецификации D 329, за исключением случаев, когда это запрещено Заказчиком.

8.9.5 Оценка результатов. Все индикаторные следы, обнаруженные во время исследования, оцениваются в соответствии с критериями допустимости, в соответствии с требованиями. Фотографии индикаторных следов для справки указаны в E433).

8.10 *Окончательная очистка.* Окончательная очистка необходима в тех случаях, если оставшийся пенетрант или проявитель могут создавать помехи для текущей работы или это не соответствует эксплуатационным требованиям. Это особенно важно, потому что оставшиеся от тестирования пенетрантом материалы могут вступать в соединение с другими факторами в процессе работы, что может привести к коррозии перед обезжириванием образца паром или его термической обработкой, и в результате этих процессов проявитель может прикипеть к образцу. Можно применять соответствующие методики, такие как промывание простой водой, опрыскивание водой, машинное промывание, замачивание в растворителе или ультразвуковая очистка (дополнительная информация по окончательной очистке – в Дополнении A1). Если удаление проявителя необходимо, рекомендуется удалить его настолько быстро после исследования, насколько можно, чтобы не дать проявителю пристать к образцу.

**9. Особые требования**

9.1 *Загрязнения*:

9.1.1 При использовании пенетрантов на аустенитной нержавеющей стали, титановом сплаве, сплаве на основе никеля или на других высокотемпературных сплавах, необходимо учитывать необходимость ограничить наличие некоторых загрязнений, например, серы, галогенов и щелочных металлов. Эти загрязнения могут вызвать повышение хрупкости или коррозию, особенно при повышенных температурах. Любая такая оценка результатов должна учитывать, в какой форме присутствуют данные загрязнения. Некоторые пенетранты содержат значительные количества этих загрязнений в форме летучих органических растворителей, которые в обычных условиях быстро испаряются и не вызывают проблем. Другие пенетранты могут содержать нелетучие загрязнения, которые могут вступать в реакцию с образцом, особенно при наличии влажности или при повышенных температурах.

9.1.2 Поскольку летучие растворители в обычных условиях исследования быстро покидают поверхность, не вызывая реакции, пенетранты в основном подвергают процедуре испарения с целью удаления растворителей до проверки материалов на загрязнения. Вещества, оставшиеся после этой процедуры, анализируют в соответствии с тестовой Методикой D1552 или Методикой D129 с помощью разложения, за которой идет Методика E516 и Методика B (турбидиметрический метод) для серы. Также оставшиеся вещества можно анализировать тестовой Методикой D808 или в соответствии с Приложением A2 о Методах измерения общего содержания хлора в пенетрантах, содержащих горючие жидкости (для галогенов помимо фтора) и Приложением A3 о Методах измерения общего содержания фтора в пенетрантах, содержащих горючие жидкости (для фтора). Альтернативная методика, Приложение A4 по определению анионов ионообменной хроматографией, предлагает отдельный технический прием для быстрого последовательного измерения обыкновенных анионов, таких как хлорид-анион, фторид и сульфат-анионов. Наличие щелочных металлов в остаточных веществах определяется пламенной фотометрией, атомной абсорбционной

спектрофотометрией или ионообменной хроматографией (см. Тестовую Методику D4327).

Примечание 16. Некоторые существующие стандарты требуют, чтобы количество серы и галогенов в загрязнениях не превышало 1% по каждому предполагаемому элементу. Тем не менее, этот уровень может быть неприемлемым в некоторых случаях, поэтому действительный максимальный уровень содержания загрязнений может быть определен по договоренности между поставщиком и пользователем в каждом конкретном случае.

9.2 *Исследования при повышенной или низкой температуре*. В случаях, когда капиллярная дефектоскопия производится на образцах, которые должны сохранять повышенную или пониженную температуру во время исследования, могут потребоваться особые пенетранты и особые методики обработки. Такая дефектоскопия требует подготовки в соответствии с п. 10.2, также требуется соблюдать рекомендации производителя.

**10. Проверка на соответствие и повторная проверка**

10.1 *Аттестация персонала*. По требованию заказчика персонал, выполняющий исследования по данному стандарту, должен быть подготовлен в соответствии с признанной на национальном или международном уровне методикой подготовки персонала в сфере Капиллярного неразрушающего контроля (NDT), либо таким стандартом, как Рекомендуемое практическое руководство ASNT SNT-TC-1A (ASNT Recommended Practice SNT-TC-1A), ANSI/ASNT CP-189, NAS-410, или ISO 9712, либо подобным документом и аттестован руководителем предприятия или аттестационной организаций, в соответствии с обстоятельствами.

10.2 *Аттестация процедуры*. Аттестация процедур, использующих время, условия или материалы, отличные от обозначенных в данном документе, или для новых материалов, может быть проведена любыми из нескольких методов и должна быть согласована сторонами по договору. Обычно используется опытный образец, содержащий одну или несколько несплошностей наименьшего значимого размера. При наличии согласия между сторонами по договору, опытный образец может иметь реальные или смоделированные несплошности, при условии, что он отображает характеристики несплошностей, которые встречаются в реальных исследованиях продукта.

10.2.1 Переаттестация используемой методики может быть проведена в случаях, когда в эту методику вносится изменение или когда производится замена материала.

10.3 *Аттестация организации неразрушающего контроля* – Если для проведения испытаний привлекается организация, работающая в сфере неразрушающего контроля, как это сказано в Методике E543, такая организация должна отвечать требованиям Методики E543.

10.4 *Переаттестация* может потребоваться в случаях, когда производится изменение или замена вида пенетранта или самой процедуры. (см. п. 10.2).

**11. Ключевые слова**

11.1 капиллярная дефектоскопия с применением люминесцентного метода; гидрофильное эмульгирование; липофильное эмульгирование; капиллярная дефектоскопия; неразрушающий контроль; удаляемый растворителем; капиллярная дефектоскопия с применением цветного метода; водосмываемый; пост-эмульсионный; ультрафиолетовый свет; УФ-А; видимый свет

## ПРИЛОЖЕНИЯ

**(Обязательная информация)**

### A1. Очистка образцов и материалов.

**A1.1 Выбор метода очистки**

A1.1.1 Выбор подходящего метода очистки основан на таких факторах, как: (*1*) вид загрязнителя, который нужно удалить, так как нет такого метода, который одинаково хорошо очищал бы все загрязнители; (*2*) результат использования метода очистки на образцах; (*3*) практичность использования метода очистки на образце (например, большой образец нельзя положить в маленький обезжириватель или в ультразвуковой очиститель); и (*4*) особые требования покупателя к очистке. Рекомендуются следующие методы очистки:

A1.1.1.1 *Очистка в моющих средствах*. Моющие средства представляют собой негорючие водорастворимые субстанции, содержащие специально отобранные поверхностно-активные вещества для смачивания, пропитывания, эмульгирования и омыления различных видов загрязнений, таких как жировые и масляные пленки, смазочно-охлаждающие и рабочие жидкости, непигментированные смазки для вытяжки и т.п. Моющие средства могут быть щелочными, нейтральными или кислыми по своей природе, но они не должны вызывать коррозию у исследуемого образца. Чистящие качества моющих растворов обеспечивают полное удаление загрязнений с поверхностей и пустот, тем самым подготавливая их к впитыванию пенетранта. Время очистки должно быть таким, какое рекомендовано производителем.

A1.1.1.2 *Очистка в растворителях*. Существует много всевозможных растворителей для чистки, которые могут быть эффективно использованы для растворения таких загрязнений, как жировые и масляные пленки, смазки и герметики, красители и в целом органические вещества. Эти растворители не должны оставлять налет, особенно если они используются как растворитель для вытирания вручную или как обезжиривающий растворитель для обработки погружением в ванну. Растворители для чистки не рекомендуется использовать для очищения ржавчины и окалины, сварочного флюса и спекшихся брызг, а также в целом для очистки от неорганических загрязнений. Некоторые растворители для очистки воспламеняемы и могут быть токсичны. Следует соблюдать инструкции производителей и предупреждения о мерах предосторожности.

A1.1.1.3 *Обезжиривание паром*. Обезжиривание паром является предпочтительным методом удаления масляных или жировых загрязнений с поверхности образцов и с открытых несплошностей. Этот метод не удаляет неорганические загрязнения (грязь, коррозию, соли и т. д.) и может не справиться с удалением смолянистых загрязнений (пластиковые покрытия, лак, краска и т. д.). Из-за короткого времени контакта обезжиривание может не прочистить глубокие несплошности, поэтому рекомендовано дальнейшее замачивание в растворителе.

A1.1.1.4 *Очистка щелочами*:

(*a*) Щелочные очистители представляют собой невоспламеняющиеся водные растворы, содержащие специально подобранные детергенты для смачивания, пропитывания, эмульгирования и омыления различных

видов загрязнений. Горячие щелочные растворы также используются для удаления ржавчины, а также для очистки от накипи чтобы удалить окалину, которая может скрывать несплошности на поверхности. Компоненты щелочных очистителей следует использовать в соответствии с рекомендациями производителя. Образцы, очищенные с использованием щелочных очистителей, следует тщательно промыть, чтобы на них не осталось очистителя, затем хорошо просушить перед проведением дефектоскопии (температура образца во время нанесения пенетранта не должна превышать 125° по Фаренгейту [52°C]).

(*b*) Очистка паром представляет собой разновидность метода очистки щелочами в ванне горячей очистки, может использоваться для подготовки больших громоздких образцов. Удаляет неорганические и многие органические загрязнения с поверхности образцов, но может не проникнуть в глубокие несплошности, поэтому рекомендуется дальнейшее замачивание в растворителе.

A1.1.1.5 *Ультразвуковая очистка*. Данный метод добавляет к очистке растворителем или моющим средством ультразвуковые колебания, что улучшает эффективность очистки и уменьшает ее время. Ее следует использовать с водой и моющим средством, если нужно удалить неорганическое загрязнение (ржавчина, грязь, соли, продукты коррозии и т. д.) и с органическим растворителем, если нужно удалить органические загрязнения (жировые и масляные пленки и т. п.). Образцы, очищенные с помощью ультразвука, следует тщательно промыть, чтобы на них не осталось очистителя, затем хорошо просушить и охладить как минимум до 125° по Фаренгейту [52°C] перед нанесением пенетранта.

A1.1.1.6 *Удаление краски. С*лой краски можно эффективно удалить при помощи уничтожающего адгезивность растворителя для удаления красок или щелочных составов для удаления краски расщепляющего типа в ванне горячей очистки. В большинстве случаев слой краски долен быть полностью удален, чтобы открыть поверхность металла. Растворители для удаления краски могут быть высоковязкими и густыми для нанесения распылителем или кистью, либо быть низковязкими двуслойными для нанесения в ванне для обработки погружением. Оба вида растворителей для удаления краски обычно используются при обычной температуре в таком состоянии, в каком они были получены. Щелочные растворители для использования в ванне горячей очистки следует использовать в соответствии с рекомендациями производителя. После удаления краски следует тщательно промыть образцы, чтобы удалить все загрязнения из пустот, хорошо их просушить и охладить как минимум до 125° по Фаренгейту [52°C] перед нанесением пенетранта.

A1.1.1.7 *Механическая очистка и зачистка поверхности*. Такие процессы механической очистки, как зачистка напильником, полировка, скобление, механическое фрезерование, сверление, растачивание, пришлифовка, абразивно-струйная обработка, пескоструйная обработка, обтачивание, фрезерование, удаление заусенцев в поворотном барабане или виброспособом, а также очистка шлифованием, в том числе такими абразивными материалами, как стеклянные гранулы, песок, оксид алюминия, гранулы лигноцеллюлозы, металлическая дробь и т. д., часто используются для удаления таких загрязнений, как уголь, ржавчина и окалина, формовочный налипающий песок, а также для снятия заусенцев или чтобы придать нужные косметические свойства образцу. *Такие процессы могут снизить эффективность капиллярной дефектоскопии, пачкая или оставляя следы от инструмента на металлических поверхностях и заполняя несплошности, выходящие на поверхность, особенно это относится к мягким металлам, таким как сплавы алюминия, титана, магния и бериллия*.

A1.1.1.8 *Травление в кислоте.* Ингибированные кислые растворы (травильные растворы) широко используются для очистки поверхности образца от окалины. Снятие окалины необходимо для того, чтобы удалить отложения окиси, которые могут завуалировать несплошности на поверхности и помешать проникновению пенетранта. Кислотные / травильные растворы также широко используются для удаления загрязненного металла, который закрывает несплошности поверхности. Такие травильные растворы следует использовать в соответствии с рекомендациями производителя.

Примечание A1.1. С протравленных образцов и материалов следует тщательно смыть травильные растворы, поверхность нейтрализовать и хорошо просушить горячим воздухом перед тем, как наносить пенетрант. Кислоты и хроматы могут оказывать пагубное влияние на функциональные качества люминесцентных материалов.

Примечание A1.2. Во всех случаях, когда существует вероятность водородного охрупчивания в результате воздействия кислотного / травильного раствора, образец следует прогреть при соответствующей температуре, чтобы удалить водород перед дальнейшей обработкой. После прогревания образец следует охладить до температуры ниже 125° по Фаренгейту [52°C] перед нанесением пенетранта.

A1.1.1.9 *Обжиг керамики.* Нагревание керамического образца в чистой окислительной среде является эффективным способом удаления влаги, легких органических загрязнений, либо и того, и другого. Следует использовать максимальную температуру, которая не вызовет ослабления качеств керамики.

**A1.2 Пост-очистка**

A1.2.1 *Удаление проявителя.* Сухой порошковый проявитель можно успешно удалить обдувом воздуха (не содержащим масел) или при помощи промывки водой. Слой мокрого проявителя эффективно удаляется промывкой водой или промывкой водой с моющим средством либо вручную, либо механическими способами (очистка скребком, машинной мойкой и т. д.). Слои растворимого проявителя просто разжижаются и смываются с образца водой.

A1.2.2 Остатки растворителя можно удалить с помощью растворения. Рекомендуются замачивание в растворителе (15 минут минимум) и ультразвуковая очистка в растворителе (3 минуты минимум). В некоторых случаях желательно прибегнуть к обезжириванию в парах растворителя, затем провести замачивание в растворителе. Фактическое время, необходимое для нахождения образца в установке для обезжиривания паром и замачивания в растворителе, будет зависеть от основных качеств образца и должно определяться опытным путем.

# A2. Методы измерения общего содержания хлора в жидких горючих пенетрантах

**A2.1. Область применения**

A2.1.1Данные методы испытания описывают процедуру измерения содержания хлора в твёрдом или жидком виде в жидких горючих пенетрантах. Применяется для анализа материалов с содержанием хлора от 0,001 до 5% с использованием любой из титриметрических процедур. Процедура подразумевает отсутствие в составе брома и йода. Если эти элементы присутствуют, то они будут определяться и учитываться как хлор. Общее содержание этих элементов рассчитываться не будет. Наличие хроматов мешает проведению анализа, приводя к размытию или полному отсутствию конечных точек. Метод применим только к полностью сгораемым материалам.

**A2.2. Описание методов**

A2.2.1 Образец подвергается окислению путём сгорания в баллоне, содержащем кислород под давлением (см. п. A2.2.1.1). Высвобожденные таким образом соединения хлора впитываются раствором карбоната натрия, содержание хлора определяется методом титрования либо с использованием нитрата серебра с потенциометрическим определением конечной точки (Метод A), либо кулонометрическим методом с определением конечной точки по увеличению тока (Метод B).

A2.2.1.1 *Безопасность.* Строгое соблюдение приводимых ниже требований гарантирует предотвращение разрыва баллона и выброса газов при условии, что сам баллон правильно сконструирован и собран и находится в хорошем механическом состоянии. Тем не менее, во избежание непредвиденных ситуаций рекомендуется установить вокруг баллона щит из стального листа толщиной не менее ½ дюйма (12,7мм) или подобного материала

**A2.3. Оборудование**

A2.3.1 *Баллон* объёмом не менее 300мл сконструирован таким образом, чтобы не допускать протечек во время проведения исследований, но позволять легко извлекать жидкости для количественного анализа. Внутренняя поверхность баллона должна быть изготовлена из нержавеющей стали либо другого материала, не подверженного влиянию горения или продуктов горения. Материалы компонентов баллона, таких как верхняя прокладка и изоляция проводов, должны быть жаропрочны, химически устойчивы и не вступать ни в какие химические реакции, которые могут изменить содержание хлора в жидкости внутри баллона.

A2.3.2 Чашечка для образцов из платины с внешним диаметром 24 мм внизу, 27 мм наверху и внешней высотой 12 мм, весом 10-11 г. либо из непрозрачного кварцевого стекла широкой формы с внешним диаметром 29 мм наверху, высотой 19 мм и ёмкостью 5 мл (Примечание A2.1), либо капсюльный тигель из никеля (Kawin capsule) с диаметром 28 мм наверху, высотой 15 мм и ёмкостью 5 мл.

**Примечание A2.1** Тигли из плавленого кварца гораздо более экономичны и долговечны, чем из платины. После каждого использования их необходимо ошкурить с помощью увлажнённой мелкозернистой шлифовальной шкурки, нагреть на горелке до тёмно-красного каления, опустить в горячую воду на 1 час, затем высушить и хранить до следующего использования в осушителе.

A2.3.3 *Провод зажигания* из платины, примерно 26 калибра по системе B&S.

A2.3.4 *Цепь зажигания* (Примечание A2.2), способная передавать достаточный ток для воспламенения нейлоновой нити или хлопчатобумажного фитиля без оплавления проводов.

**Примечание A2.2** В цепи зажигания должен использоваться тип переключателя, который постоянно находится в разомкнутом положении, если только оператор не удерживает его в замкнутом положении.

A2.3.5 *Нейлоновая швейная нить или хлопчатобумажный фитиль* белого цвета

**A2.4 Чистота реактивов**

A2.4.1 Во всех измерениях должны использоваться реактивы чистые для анализа. Если не указано иначе, все реагенты должны соответствовать техническим требованиям (спецификациям) Комиссии по аналитическим реагентам Американского химического общества, если такие спецификации имеются. [9] Могут использоваться реактивы других степеней чистоты при условии, что предварительно установлено, что реагент имеет достаточную чистоту для его использования без ущерба для точности измерений.

A2.4.2 Чистота воды – вся упоминаемая в стандарте вода должна соответствовать требованиям Спецификации D1193 для воды, используемой для арбитражного анализа.

**A2.5 Подготовка образцов**

A2.5.1 Пенетранты, проявители, эмульгаторы, магнитные масла:

A2.5.1.1 Отмерьте 50 г исследуемого материала в 150-мм чашку Петри.

A2.5.1.2 Поместите 150-мм чашку Петри в печь с температурой от 194 °F (90 °C) до 212 °F (100 °C) на 60 мин.

A2.5.1.3 Дайте исследуемому материалу остыть до комнатной температуры.

A2.5.2 *Обезжиривающие растворители:*

A2.5.2.1 Взвесьте пустой алюминиевый лоток.

A2.5.2.2 Отмерьте 100 г растворителя в алюминиевый лоток

A2.5.2.3 Поместите алюминиевый лоток на горячую плиту в вытяжном колпаке

A2.5.2.4 Оставьте материал испаряться до тех пор, пока лоток будет почти сухой.

A2.5.2.5 Поместите алюминиевый лоток в печь с температурой от 194 °F (90 °C) до 212 °F (100 °C) на 10 мин.

A2.5.2.6 Достаньте лоток из печи и дайте остыть.

A2.5.2.7 Ещё раз взвесьте лоток и зафиксируйте результат.

**Примечание A2.3** Для очистителей: если доля остатка составляет меньше 50 ppm, укажите вес остатка в отчёте. Если вес остатка больше 50 ppm веса исходного материала, то переходите к тестовой процедуре с баллоном.

**A2.6 Реакция разложения**

A2.6.1. *Реактивы и материалы:*

A2.6.1.1 Кислород, очищенный от горючих материалов и галогеносодержащих соединений, готовый к подаче под давлением 40 Атм (4,05МПа).

A2.6.1.2 *Раствор карбоната натрия (50 г $Na_2CO_3$ на литр).* Разведите в воде 50 г безводного $Na_2CO_3$ (или 58.5 г $Na_2CO_3 \cdot 2O$) или 135 г $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$ и доведите раствор до 1 л.

A2.6.1.3 *Белое масло*, рафинированное

A2.6.2 *Процедура:*

A2.6.2.1 *Подготовка баллона и образца.* Отрежьте кусок провода зажигания длиной примерно 100 мм. Среднюю часть проволоки (около 20 мм) сверните в спираль, свободные концы присоедините к клеммам. Расположите спираль таким образом, чтобы она находилась над чашечкой для образцов и ближе к одной её стороне.

[9] *Реагенты, Технические требования Американского химического общества, Американское химическое общество, Вашингтон, D.C. Для предложений, касающихся испытаний реагентов и не включенных в список Американским химическим обществом, см. «Стандарты проведения анализа лабораторных химикатов» (Analar Standards for Laboratory Chemicals), BDH Ltd., Пул, Дорсет, Великобритания, и «Фармакопею и национальный справочник США» (United States Pharmacopeia and National Formulary), «Фармацевтическая конвенция США» (U.S. Pharmaceutical Convention, Inc. (USPC)), г. Роквилл, штат Мэрилэнд.*

Поместите в баллон 5 мл раствора $Na_2CO_3$ (Примечание A2.4), накройте баллон крышкой и интенсивно встряхивайте в течение 15 с для распределения раствора по внутренней поверхности баллона. Откройте баллон, поместите чашечку для образцов, наполненную образцом, на клеммодержатель, между проводом и образцом поместите небольшой кусок нити. Если общий вес хлора в образце будет более 20 мг, то это может привести к коррозии баллона. Если ожидаемое содержание хлора равняется 2,5% и более, то вес образца не должен превышать 0,4 г. Если исследуется твёрдый образец, то его вес не должен превышать 0,2 г. При работе с ~~твёодымит~~твёрдыми образцами используйте 0,8 г белого масла. При необходимости использования белого масла (Примечание A2.5), добавьте его в чашечку для образцов при помощи пипетки -(см. Примечания A2.6 и A2.7).

**Примечание A2.4.** После многократного использования баллона для определения содержания хлора, на внутренней поверхности баллона может образовываться налёт в виде плёнки. Этот налёт должен периодически удаляться полированием. Один из подходящих для этого методов заключается в следующем: баллон зажимают в станке и вращают со скоростью 300 об/мин, проводя полировку внутренней поверхности с помощью шлифовальной шкурки с размером зерна 2/0 (140мкм). Шкурка должна быть пропита лёгким машинным маслом, чтобы предотвратить повреждение поверхности. Затем баллон полируется пастой из воды и незернистого оксида хрома. Такой метод позволяет устранить все ямки, кроме наиболее глубоких, и идеально отполировать внутреннюю поверхность баллона. Перед использованием баллона его необходимо промыть с мылом и водой для удаления масел и пасты, оставшихся после полирования. Никогда не используйте баллоны с пористой или корродированной поверхностью, поскольку после испытания в них скапливается хлор. Рекомендуется, чтобы общий вес образца и белого масла или другого не содержащего хлор горючего вещества не превышал 1 г.

**Примечание A2.5.** Если материал образца трудно растворяется в белом масле, то вместо белого масла можно использовать другой нелетучий бесхлористый горючий растворитель. Однако совокупный вес образца и нелетучего растворителя не должен превышать 1 г. Некоторые твёрдые добавки практически нерастворимы, однако они хорошо сгорают, если на них нанести слой белого масла.

**Примечание A2.6.** По возможности необходимо избегать поочерёдных исследований образцов с низким и высоким содержанием хлора. Полное смывание остатков хлора со стенок баллона затруднительно, и во многих лабораториях наблюдались случаи, когда остатки хлора от предыдущих измерений переносились на следующие. Если образец с низким содержанием хлора исследуется сразу после образца с высоким содержанием хлора, то подобное измерение необходимо провести дважды, и если полученные результаты для образца с низким содержанием хлора не соответствуют пределам повторяемости для данного метода, то подобный результат или е результаты необходимо считать недостоверными.

A2.6.2~~1~~.2~~1~~ *Добавление кислорода*. Поместите чашечку для образцов в нужное положение и положите нейлоновую нить или хлопчатобумажный фитиль таким образом, чтобы один конец нити (фитиля) касался образца. Соберите баллон, плотно закройте крышку. Подавайте кислород (см. Примечание A2.7) медленно, чтобы исследуемый образец не выдувался из тигля, доведите давление в баллоне до значения, указанного в Таблице A2.1.

Примечание A2.7. Не рекомендуется подавать кислород и зажигать образец, если баллон подвергался встряске, падению или наклону.

A2.6.2~~1~~.3~~1~~ *Сгорание*. Погрузите баллон в ванну с холодной водой. Соедините электрический вывод баллона с разомкнутой электрической цепью. Замкните цепь для воспламенения образца. Извлеките баллон из ванны после

**Таблица A2.1 Манометрическое давление**

| Ёмкость баллона, мл | Манометрическое давление, Атм [МПа] мин [A] | макс |
|---|---|---|
| от 300 до 350 | 38 [3,85] | 40 [4,05] |
| от 350 до 400 | 35 [3,55] | 37 [3,75] |
| от 400 до 450 | 30 [3,04] | 32 [3,24] |
| от 450 до 500 | 27 [2,74] | 29 [2,94] |

**[A] Минимальное ~~значение указывает~~ давление – это давление, при котором обеспечивается ~~количества~~ достаточное количество кислорода ~~достаточно~~ для полного сгорания. Максимальное давление указано как требование безопасности.**

погружения как минимум на 10 мин. Медленно и равномерно сбросьте давление, эта операция должна занимать не менее 1 мин. Откройте баллон и исследуйте содержимое. Если видны остатки несгоревшего масла или сажи, исследование должно быть отменено. Тщательно вымойте баллон перед повторным использованием (Примечание A2.4).

**A2.7 Анализ, Метод A, процедура ~~6.1.1~~потенциометрического титрования**

A.2.7.1 *Оборудование:*

A.2.7.1.1 *Электрод из серебряного бруска.*

A.2.7.1.2 *Стеклянный электрод*, используемый для измерения уровня pH.

A.2.7.1.3 *Бюретка*, ёмкостью 25 мл с делениями 0,05 мл.

A.2.7.1.4 *Милливольтметр* или pH-метр с увеличенным масштабом с диапазоном измерений от 0 до 220 мВ.

**Примечание A2.8.** Вместо оборудования, указанного в п.п. A.2.7.1.3 и A.2.7.1.4 настоятельно рекомендуется использовать автоматический прибор для титрования. Автоматическое оборудование значительно повышает повторяемость и чувствительность измерений, а также освобождает от утомительных манипуляций.

A.2.7.2 *Реактивы и материалы:*

A.2.7.2.1 *Ацетон*, без содержания хлора

A.2.7.2.2 *Метанол*, без содержания хлора

A.2.7.2.3 *Раствор нитрата серебра (0.0282 N).* Разведите в воде 4,7910 ± 0,0005г нитрата серебра ($AgNO_3$~~AgNO3~~) и доведите раствор до 1 л.

A.2.7.2.4 *Раствор хлорида натрия (0.0282 N).* Просушите несколько граммов хлорида натрия (NaCl) в течение 2 часов при температуре от 130 до 150 ºC, отмеряйте 1,6480 ± 0,0005г просушенного NaCl, растворите его в воде и доведите раствор до 1 л.

A.2.7.2.5~~4~~ *Серная кислота (1+2).* ~~.~~ Смешайте 1 объём концентрированной серной кислоты ($H_2SO_4$~~H2SO4~~, удельный вес 1,84) -с -2 объёмами воды.

A.2.7.~~2.1~~3 *Сбор хлорного раствора*. Чистым пинцетом извлеките чашечку для образцов и поместите её в 400-мл лабораторный стакан. Тонкой струёй метанола из промывалки обмойте стенки корпуса баллона, перелейте всё смытое в лабораторный стакан. Смойте остатки и также перелейте в лабораторный стакан. Далее обмойте крышку баллона и электрические контакты, слейте в лабораторный стакан. Затем промойте внутренние и наружные стенки тигля для образцов, и также смойте всё в лабораторный стакан. Объём смытого раствора должен равняться, но не превышать 100 мл. При необходимости добавьте метанол и доведите объём до 100 мл.

A.2.7.~~2.1~~4 *Определение содержания хлора*. Добавьте 5 мл раствора $H_2SO_4$ (1:2) для окисления раствора (кислотность раствора должна определяться лакмусом, раствор не должен содержать белого осадка $Na_2CO_3$
). Добавьте 100 мл ацетона. Поместите электроды в раствор, включите лабораторную мешалку (если используется механическая мешалка) и начните титрование. Если титрование производится вручную, то установите pH-метр на увеличенную шкалу в милливольтметрах и запишите показания. Добавьте из бюретки ровно 0,1 мл раствора

$AgNO_3$, дайте перемешаться в течение нескольких секунд и запишите новые показания в милливольтах. Вычтите второе значение из первого. Продолжайте титрование, каждый раз записывая количество раствора $AgNO_3$ и разницу между текущим и предыдущим показаниями pH-метра. Продолжайте добавлять раствор $AgNO_3$ порциями по 0,1 мл, снимая показания и определяя разницу между ними до тех пор, пока не будет получена максимальная разница между значениями. Конечной точкой будет являться количество раствора $AgNO_3$, при котором была получена эта максимальная разница. Автоматические титраторы сами производят постоянное перемешивание раствора, добавление титранта, автоматически измеряют напряжение, рассчитывают разницу между значениями и отмечают величину разницы на графике. За конечную точку берётся максимальная разница между значениями.

**Примечание A2.9.** Для максимальной чувствительности в автоматическом титраторе может использоваться раствор $AgNO_3$ (0.00282 N). Такой слабоконцентрированный титрант не должен использоваться при работе с большими образцами и в случаях, когда содержание хлора может быть выше 0,1%, поскольку тогда конечные точки измерений будут составлять 10 мл и более. Большое количество воды, используемое в титровании, приводит к уменьшению разницы между показаниями и делает затруднительным определение конечной точки. Для работы с образцами с долей хлора выше 0,1% и весом от 0,8 г необходимо использовать раствор $AgNO_3$ 0.0282 N, чтобы не превышать предел водного разведения в 10 мл.

A.2.7.5 *Слепой опыт*. Проведите холостые измерения с обычно используемым количеством белого масла, но без образца. (Для жидких образцов обычно требуется всего 0,15-0,25 г белого масла, а для твёрдых образцов – от 0,7 до 0,8 г.). Следуйте обычной процедуре, проведите два или три измерения, чтобы убедиться, что результаты находятся в пределах повторяемости для данного исследования. Проведение слепого опыта необходимо для каждой новой партии реагентов и белого масла. Целью слепого опыта является определение содержания хлора в белом масле, реагентах и окружающей среде.

A.2.7.6 *Стандартизация*. Растворы нитрата серебра не являются постоянно стабильными, поэтому необходимо проверять фактическую активность реагента после приготовления раствора и периодически в процессе его использования. Проверка производится титрованием стандартного раствора NaCl следующим образом. Приготовьте смесь химикатов (раствора $Na_2CO_3$, раствора $H_2SO_4$, ацетона и метанола) в количествах, установленных для проведения исследований. Внесите пипеткой 5,0 мл раствора NaCl 0.0282-N и титруйте до конечной точки. Приготовьте и титруйте смесь всех химикатов, за исключением раствора NaCl, чтобы получить значение для холостого реактива. Рассчитайте значение нормальной концентрации раствора $AgNO_3$ по формуле:

$$N_{AgNO3} = \frac{5.0 \times N_{NaCl}}{V_A - V_B} \qquad (A2.1)$$

*где:*

*$NAgNO_3$ = нормальная концентрация раствора $AgNO_3$,*
*NNaCl = нормальная концентрация раствора NaCl,*
*$V_A$ = миллилитры раствора $AgNO_3$, использованного для титрования смеси, включающей раствор NaCl и*
*$V_B$ = миллилитры раствора $AgNO_3$, использованного для титрования смеси реагентов без раствора NaCl.*

A2.7.7 *Расчёт*. — Произведите расчёт содержания хлора по формуле:

$$\text{Содержание хлора в \%} = \frac{(V_S - V_B) \times N \times 3.545}{W} \qquad (A2.2)$$

*где:*

*VS = миллилитры раствора $AgNO_3$, использованного для образца,*
*VB = миллилитры раствора $AgNO_3$, использованного для слепого опыта,*
*N = нормальная концентрация раствора $AgNO_3$ и*
*W = вес образца в граммах.*

A2.7.8 *Прецизионность и точность:*

A2.7.8.1 Для определения приемлемости результатов необходимо использовать следующие критерии:

A2.7.8.1.1 *Повторяемость*. Результаты, полученные одним и тем же лаборантом, должны вызвать сомнение в достоверности, если они отличаются более чем на 0,006% либо на 10,5% от установленного значения, что будет больше.

A2.7.8.1.2 *Воспроизводимость*. Результаты, полученные разными лабораториями, должны вызвать сомнение в достоверности, если они отличаются более чем на 0,013% либо на 21,3% от установленного значения, что будет больше.

A2.7.8.1.3 *Точность*. Средний показатель извлечения данным методом составляет от 86% до 89% от фактического количества.

**A2.8 Анализ, Метод B, кулонометрическое титрование**

A.2.8.1 *Оборудование:*

A.2.8.1.1 *Кулонометрический титратор для определения хлора*.

A.2.8.1.2 *Лабораторный стакан 100 мл*, 2 штуки, или глазурованные тигли (желательно с внешним диаметром дна 1,5 дюйма).

A.2.8.1.3 *Холодильник*.

A.2.8.2 *Реактивы*:

A.2.8.2.1 *Уксусная кислота*, ледяная.

A.2.8.2.2 *Сухая желатиновая смесь*[10]

A.2.8.2.3 *Азотная кислота* ~~AgNO3~~.

A.2.8.2.4 *Раствор хлорида натрия*, 100 мг-экв С/1. Просушите некоторое количество NaCl в течение 2 часов при температуре от 130 до 150 ºС, отмеряйте 5,8440 ± 0,0005г просушенного NaCl в закрытом контейнере, растворите его в воде и доведите объём раствора до 1 л.

A.2.8.~~2.1~~3 *Приготовление реактивов:*

**Примечание A2.10.** Обычный процесс приготовления реагентов был немного изменён из-за искажающего влияния 50 мг воды, необходимой для промывки баллона. Данный изменённый процесс устраняет это искажение, не влияя на качество титрования.

A.2.8.3.1 *Раствор желатина.* Обычный способ приготовления: добавьте примерно 1 л дистиллированной или деионизированной воды к 6,2 г сухой желатиновой смеси, содержащейся в одном флаконе, поставляемом производителем оборудования. Слегка подогрейте, постоянно помешивая, до полного растворения желатина.

A.2.8.3.2 Разделите на порции, достаточные для проведения исследований в течение одного дня. (Тридцати миллилитров достаточно для проведения примерно одиннадцати титрований.) Неиспользуемые порции храните в холодильнике, не замораживая. Раствор может храниться в холодильнике до 6 месяцев. При готовности к использованию погрузите дневную порцию желатина в горячую воду для приведения раствора в жидкое состояние.

A.2.8.3.3 *Раствор ледяной уксусной кислоты и азотной кислоты*. Обычное соотношение составляет 12,5:1 (12,5 объёмов $CH_3COOH$ к 1 объёму $HNO_3$).

A.2.8.3.4 Смешайте раствор желатина со смесью уксусной и азотной кислот в количестве, необходимом для одного титрования. (Обычная смесь содержит 2,5 мл раствора желатина и 5,4 мл смеси уксусной и азотной кислот).

[10] Можно приобрести у поставщика лабораторного оборудования. Типовая смесь состоит из 6 г порошкового желатина, 0,1 г растворимого в воде тимолового синего и 0,1 г кристаллического тимола, чистого для анализов.

Примечание А2.11. Для удобства раствор можно приготовить в большем количестве, однако он может быть непригодным после 24 часов.

А.2.8.3.5 Проведите минимум три слепых опыта и установите среднее значение в соответствии с инструкцией по эксплуатации титратора. Определите холостое значение отдельно для пяти и для 20 капель минерального масла.

А.2.8.4 *Титрование:*
А.2.8.4.1 Измерьте вес 100-мл лабораторного стакана с точностью до 0,1 г и запишите результат.
А.2.8.4.2 Чистым пинцетом извлеките тигль для образцов из опорного кольца крышки, обмойте внутренние и наружные стенки тигля водой из промывалки, смойте всё в 100-мл лабораторный стакан.
А.2.8.4.3 Содержимое корпуса баллона также поместите в 100-мл лабораторный стакан. Обмойте стенки корпуса баллона водой из промывалки.
А.2.8.4.4 Снимите конструкцию крышки с креплений и с помощью промывалки обмойте нижнюю часть крышки, платиновый провод и контакты и слейте всё смытое в тот же 100-мл лабораторный стакан. Общий объём смытого раствора должен составлять 50±1 г.
А.2.8.4.5 Добавьте указанный объём желатиновой смеси и смесь уксусной и азотной кислот или заранее приготовленной смеси желатина со смесью уксусной и азотной кислот в лабораторный стакан, содержащий 50 г смытой воды с остатками сгоревшего образца.
А.2.8.4.6 Проведите титрование с помощью кулонометрического титратора в порядке, описанном в инструкции по эксплуатации.

А.2.8.5 *Расчёт.* Произведите расчёт концентрации ионов хлора по формуле:

$$\textit{Содержание хлора в \%} = \frac{(P - B) \times M}{W} \qquad (A2.3)$$

*где:*
*P – показания прибора, полученные с образцом,*
*B – средние показания прибора, полученные по среднему результату трёх слепых опытов,*
*M – постоянная стандартизации. Зависит от заданного диапазона измерений прибора и показаний, полученных с использованием известного количества раствора Cl мг-экв на литр и*
*W – вес использованного образца, г.*

А.2.8.6 *Прецизионность и погрешность:*
А2.8.6.1 Результаты параллельных измерений, полученных одним и тем же лаборантом, должны находиться в пределах относительных стандартных отклонений, указанных в таблице:

| *Примерное содержание Хлора, %* | *Относительное стандартное отклонение, %* |
|---|---|
| *1,0 и выше* | *0,1* |
| *0,1* | *2,5* |
| *0,003* | *5,9* |

А2.8.6.2 Данный метод позволяет получить результаты, отличающиеся от истинных значений в указанных пределах:

| | |
|---|---|
| 0,1 % хлора и выше | ±2% |
| от 0,001 до 0,01 % хлора | ±9% |

А2.8.6.3 При наличии брома будет определяться 36,5% от истинного количества. При наличии йода будет определяться 20,7% от истинного количества. Фтор определяться не будет.

# A3. Метод измерения общего содержания фтора в жидких горючих пенетрантах

### A3.1. Область применения

A3.1.1 Данный метод испытания описывает процедуру определения фтора в твёрдом или жидком виде в жидких горючих пенетрантах, не содержащих значительное количество примесей, искажающих точность анализа, и не оставляющих после сгорания нерастворимого остатка. Метод применяется для анализа материалов с содержанием фтора от 1 до 200 000 ppm.
A3.1.2 Для определения концентрации фтора применяется фторид-селективный ионный электрод.

### A3.2. Описание метода

A3.2.1 Образец подвергается окислению путём сгорания в баллоне, содержащем кислород под давлением (см. п. A3.2.1.1). Высвобожденные таким образом соединения фтора впитываются раствором цитрата натрия, содержание фтора определяется потенциометрически с использованием фторид-селективного электрода.
A3.2.1.1 *Безопасность.* Строгое соблюдение приводимых ниже требований гарантирует предотвращение разрыва баллона и выброса газов при условии, что сам баллон правильно сконструирован и собран и находится в хорошем механическом состоянии. Тем не менее, во избежание непредвиденных ситуаций рекомендуется установить вокруг баллона щит из стального листа толщиной не менее ½ дюйма (12,7 мм) или подобного материала.

### A3.3. Искажение результатов

A3.3.1 Кремний, кальций, алюминий, магний и другие металлы, формирующие осадок с фтор-ионами, будут оказывать искажающее воздействие на анализ, если их концентрация будет избыточно высокой для возможности полного растворения соответствующих фтор-ионов.

### A3.4 Подготовка образцов

A3.4.1 *Пенетранты, проявители, эмульгаторы, магнитные масла:*
A3.4.1.1 Отмерьте 50 г исследуемого материала в 150-мм чашку Петри.
A3.4.1.2 Поместите 150-мм чашку Петри в печь с температурой от 194 °F (90 °C) до 212 °F (100 °C) на 60 мин.
A3.4.1.3 Дайте исследуемому материалу остыть до комнатной температуры.
A3.4.2 *Обезжиривающие растворители:*
A3.4.2.1 Взвесьте пустой алюминиевый лоток.
A3.4.2.2 Отмерьте в алюминиевый лоток 100 г растворителя.

A3.4.2.3 Поместите алюминиевый лоток на горячую плиту в вытяжном колпаке

A3.4.2.4 Оставьте материал испаряться до тех пор, пока лоток не станет почти сухой.
A3.4.2.5 Поместите алюминиевый лоток в печь, предварительно прогретую до температуры от 194 °F (90 °C) до 212 °F (100 °C), и оставьте на 10 мин.
A3.4.2.6 Достаньте лоток из печи и дайте остыть.
A3.4.2.7 Повторно взвесьте лоток и зафиксируйте результат.

**Примечание A3.1** Для очистителей: если доля остатка составляет меньше 50 ppm, укажите вес остатка в отчёте. Если вес остатка больше 50 ppm веса исходного материала, то переходите к тестовой процедуре с баллоном.

## A3.5. Оборудование

A3.5.1 *Баллон* объёмом не менее 300мл сконструирован таким образом, чтобы не допускать протечек во время проведения исследований, но позволять легко извлекать жидкости для количественного анализа. Внутренняя поверхность баллона должна быть изготовлена из нержавеющей стали либо другого материала, не подверженного влиянию горения или продуктов горения. Материалы компонентов баллона, таких как верхняя прокладка и изоляция проводов, должны быть жаропрочны, химически устойчивы и не вступать ни в какие химические реакции, которые могут изменить содержание фтора в жидкости внутри баллона.
A3.5.2 Чашечка для образцов из никеля с внешним диаметром 20 мм внизу, 28 мм наверху и внешней высотой 16 мм, либо из платины с внешним диаметром 24 мм внизу, 27 мм наверху и внешней высотой 12 мм, весом от 10 до 11 г.
A3.5.3 *Провод зажигания* из платины, примерно 26 калибра по системе B&S.
A3.5.4 *Цепь зажигания*, способная передавать достаточный ток для воспламенения нейлоновой нити или хлопчатобумажного фитиля без оплавления провода. (Внимание: в цепи зажигания должен использоваться тип переключателя, который постоянно находится в разомкнутом положении, если только оператор не удерживает его в замкнутом положении.)
A3.5.5 *Нейлоновая швейная нить или хлопчатобумажный фитиль* белого цвета
A3.5.6 *Воронка* из полипропилена (Примечание A3.2).
A3.5.7 *Мерная колба* из полипропилена, 100 мл (Примечание A3.2).
A3.5.8 *Лабораторный стакан* из полипропилена, 150 мл (Примечание A3.2).
A3.5.9 *Пипетка 100 мкл,* типа Eppendorf (Примечание A3.2).
A3.5.10 *Магнитная мешалка* и магнитный якорь с тефлоновым покрытием.
A3.5.11 *Фторид-селективный ионный электрод* и подходящий электрод сравнения.
A3.5.12 *Милливольтметр* с точностью измерений до 0,1 мВ.

**Примечание A3.2.** При работе с раствором фтора не допускается использование стеклянного оборудования, так как фтор-ионы из раствора переносятся на стекло, а при повторном использовании ионы фтора из концентрированного раствора будут перенесены в раствор с более слабой концентрацией.

## A3.6 Реактивы

A3.6.1 *Чистота реактивов*. Во всех измерениях должны использоваться реактивы чистые для анализа. Если не указано иначе, все реагенты должны соответствовать техническим требованиям (спецификациям) Комиссии по аналитическим реагентам Американского химического общества, если такие спецификации имеются.[9] Могут использоваться реактивы других степеней чистоты при условии, что предварительно установлено, что реагент имеет достаточную чистоту для его использования без ущерба для точности измерений.

A3.6.2 *Чистота воды*. Вся упоминаемая в стандарте вода должна соответствовать требованиям Спецификации D1193 для воды, используемой для арбитражного анализа.
A3.6.3 *Раствор флюорида, исходный реактив (2000 ppm)*. Разведите в воде 4,4200 ± 0,0005 г предварительно просушенного (в течение 1 ч при температуре от 130 до 150 ºC и охлаждённого в осушителе) фторида натрия. Затем доведите объём раствора до 1 л.
A3.6.4 *Кислород*, очищенный от горючих материалов и галогеносодержащих соединений, готовый к подаче под давлением 40 Атм (4,05МПа).
A3.6.5 *Раствор цитрата натрия*. Разведите в воде 27 г дигидрата цитрата натрия, доведите объём раствора до 1 л.
A3.6.6 *Раствор гидроксида натрия* (5 N). Разведите в воде 200 г гранулированного гидроксида натрия (NaOH) и доведите объём раствора до 1 л. Раствор храните в полиэтиленовом контейнере.
A3.6.7 *Промывочный раствор (модифицированный буферный раствор для регулировки общей ионной силы)*. К 300 мл дистиллированной воды добавьте 32 мл ледяной уксусной кислоты, 6,6 г дигидрата цитрата натрия и 32,15 г хлорида натрия. Перемешайте до полного растворения, затем доведите уровень pH до 5,3, используя раствор 5 *N* NaOH. Остудите и доведите объём до 1 л.
A3.6.8 *Белое масло*, рафинированное

## A3.7 Процедура разложения

A3.7.1 *Подготовка баллона и образца*. Отрежьте кусок провода зажигания длиной примерно 100 мм. Среднюю часть проволоки (около 20 мм) сверните в спираль, свободные концы присоедините к клеммам. Расположите спираль таким образом, чтобы она находилась над чашечкой для образцов и ближе к одной её стороне. Поместите в баллон 10 мл раствора цитрата натрия, накройте баллон крышкой и интенсивно встряхивайте в течение 15 с для распределения раствора по внутренней поверхности баллона. Откройте баллон, поместите чашечку для образцов, наполненную образцом, на клеммодержатель, между проводом и образцом поместите небольшой кусок нити. Вес образца не должен превышать 1 г. Если образец твёрдый, добавьте несколько капель белого масла, чтобы обеспечить возгорание.

**Примечание A3.3.** Если общий вес хлора в образце будет более 20 мг, то это может привести к коррозии баллона. Во избежание этого вес образцов с ожидаемым содержанием фтора более 2% не должен превышать указанных ниже значений:

| *Содержание хлора, %* | *Вес образца, г* | *Вес белого масла, г* |
|---|---|---|
| *от 2 до 5* | *0,4* | *0,4* |
| *от 5 до 10* | *0,2* | *0,6* |
| *от 10 до 20* | *0,1* | *0,7* |
| *от 20 до 50* | *0,05* | *0,7* |

*Суммарный вес образца и белого масла или другого не содержащего фтор горючего вещества не должен превышать 1 г.*

A3.7.2~~1~~ *Добавление кислорода*. Поместите чашечку для образцов в нужное положение и положите нейлоновую нить или хлопчатобумажный фитиль таким образом, чтобы один конец нити (фитиля) касался образца. Соберите баллон, плотно закройте крышку. Подавайте

кислород (см. предупреждение ниже) медленно, чтобы исследуемый образец не выдувался из тигля, доведите давление в баллоне до значения, указанного в Таблице А3.1. (Внимание! Не рекомендуется подавать кислород и зажигать образец, если баллон подвергался встряске, падению или наклону.)

А3.7~~1~~.3~~1~~ Сгорание. Погрузите баллон в ванну с холодной водой. Соедините электрический вывод баллона с разомкнутой электрической цепью. Замкните цепь для воспламенения образца. Извлеките баллон из ванны после погружения как минимум на 10 мин. Медленно и равномерно сбросьте давление, эта операция должна занимать не менее 1 мин. Откройте баллон и исследуйте содержимое. Если видны остатки несгоревшего масла или сажи, исследование должно быть отменено. Тщательно вымойте баллон перед повторным использованием.

А3.7.4~~2.1~~ *Сбор фторсодержащего раствора.* Чистым пинцетом извлеките чашечку для образцов, обмойте промывочным раствором, слейте в 100-мл мерную колбу. Тонкой струёй промывочного раствора из промывалки обмойте стенки корпуса баллона, всё смытое добавьте в мерную колбу. Далее обмойте крышку баллона и электрические контакты, слейте в колбу. Доведите раствор в колбе до метки, добавив промывочный раствор.

### А3.8 Процедура

А.3.8.1 Установите потенциал электрода (милливольты на десятикратное изменение концентрации) в соответствии с указаниями производителя.
А.3.8.2 Определите холостое значение, проведя слепой опыт без использования образца.

**Таблица А3.1 Манометрическое давление**

| Ёмкость баллона, мл | Манометрическое давление, Атм [МПа] мин [A] | макс |
|---|---|---|
| от 300 до 350 | 38 | 40 |
| от >350 до 400 | 35 | 37 |
| от >400 до 450 | 30 | 32 |
| от >450 до 500 | 27 | 29 |

[A] Минимальное ~~значение указывает~~ давление – это давление, при котором обеспечивается ~~количества~~ достаточное количество кислорода ~~достаточно~~ для полного сгорания. Максимальное давление указано как требование безопасности.

А3.8.3 Погрузите фторидный электрод и электрод сравнения в растворы и получите показания для равновесия с точностью до 0,1 мВ. (Время, необходимое для достижения равновесия, зависит от состояния электрода. Может понадобиться 5, а может 20 минут.)
А3.8.4 Добавьте 100 мкл готового раствора фторида натрия и получите показания по истечении времени, которое было необходимо для п. А3.8.3

### А3.9 Расчёт

А3.9.1 Произведите расчёт содержания фтора в образце по формуле:

$$\textit{Содержание фтора в ppm} = \frac{\left[\frac{2\times10^{-4}}{10^{\Delta E_1/S}-1} - \frac{2\times10^{-4}}{10^{\Delta E_2/S}-1}\right]}{W}\times 10^6 \qquad (A3.1)$$

*где:*

$\Delta E_1$ = *изменение в милливольтах в растворе образца при добавлении 100мкл исходного раствора флюорида,*
$\Delta E_2$ = *изменение в милливольтах в холостом растворе при добавлении 100мкл исходного раствора флюорида,*
$S$ = *потенциал фторидного электрода, определённый в п. А.3.8.1*
*и*
$W$ = *вес образца в граммах.*

### А3.10 Прецизионность и погрешность

А3.10.1 *Повторяемость*. Результаты, полученные одним и тем же лаборантом, должны вызвать сомнение в достоверности, если они отличаются более чем на 1,1 ppm (0,00011%) либо на 8,0% от установленного значения, что будет больше.
А3.10.2 *Воспроизводимость*. Результаты, полученные разными лабораториями, должны вызвать сомнение в достоверности, если они отличаются более чем на 6,7 ppm либо на 129,0% от установленного значения, что будет больше.
А3.10.3 *Систематическая погрешность*. Средний показатель извлечения данным методом составляет от 62% до 64% от фактического количества, однако при правильной технологии показатель может быть от 83% до 85%.

## А4 ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНИОНОВ МЕТОДОМ ИНООБМЕННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ИЗМЕРЕНИЕМ ПРОВОДИМОСТИ

### А4.1 Область применения

А4.1.1 Настоящий метод разработан на основе процедур Американского общества по испытанию материалов (ASTM) и Метода 429 Американской ассоциации здравоохранения (APHA) и оптимизирован для анализа вредных веществ в материалах на органической основе. Является единым эффективным методом для быстрого последовательного определения распространённых анионов, таких как бромиды, хлориды, фториды, нитраты, нитриты, фосфаты и сульфаты.

### А4.2 Описание метода

А4.2.1. Для проведения анализа материал должен быть преобразован в форму водного раствора. Образец подвергается окислению путём сгорания в баллоне, содержащем кислород под давлением. Высвобожденные таким образом вещества впитываются элюентом, присутствующим внутри баллона во время сгорания. Раствор смывается со стенок баллона, фильтруется и разводится до заданного объёма.
А4.2.1.1 Порция образца фильтруется, вводится в поток карбонат-бикарбонатного элюента и проводится через ряд ионообменников. Анионы, подлежащие анализу, разделяются по принципу относительного притяжения к сильнощелочному анионному обменнику (защитная и разделительная колонка). Отделённые анионы направляются в сильнокислотный катионообменник

(подавительная колонка), где они преобразуются в кислотную форму с высокой электропроводностью, а карбонат-бикарбонатный элюент переходит в форму угольной кислоты с низкой электропроводностью. У отделённых анионов в кислотной форме измеряется электропроводность. Они идентифицируются по времени удерживания, сравниваемым со стандартными значениями. Количественный анализ основывается на измерении пиковых зон и пиковых точек. Подготовка и проведение слепых опытов производится в аналогичном порядке.

A4.2.2 *Искажения.* Любое вещество с временем удерживания, совпадающим с временем удерживания анализируемого аниона, будет оказывать искажающее воздействие. Например, относительно высокая концентрация органических кислот с низким молекулярным весом будет оказывать влияние на определение хлоридов и фторидов. Высокая концентрация любого из анионов также будет искажать определение других. Многие искажающие факторы можно устранить разбавлением раствора образца. Для разрешения неопределённостей при качественном и количественном анализе необходимо использовать метод добавления заданного объёма. Загрязнения и примеси, содержащиеся в используемой воде, на стекле и оборудовании, используемом для проведения анализа, могут стать причиной появления ложных пиков. Поскольку для анализа используется незначительное количество материала образца, необходимо скрупулёзно следить за отсутствием загрязнений.

A4.2.3 *Минимальная определяемая концентрация*.

Минимальная определяемая концентрация анионов зависит от объёма образца и установок шкалы электропроводности. В целом, минимальная определяемая концентрация находится в пределах 0,05 мг/л для анионов $F^-$ и 0,1 мг/л для анионов $Br^-$, $Cl^-$, $NO_3^-$, $NO_2^-$, $PO_4^{3-}$ и $SO_4^{2-}$ с пробоотборной петлёй 100 мкл и установленной шкалой детектора проводимости в 10 мкСм. Те же пороговые значения могут быть получены при увеличении шкалы детектора и использовании электронного интегратора.

### A4.3 Оборудование

A4.3.1 *Баллон* объёмом не менее 300мл сконструирован таким образом, чтобы не допускать протечек во время проведения исследований, но позволять легко извлекать жидкости для количественного анализа. Внутренняя поверхность баллона должна быть изготовлена из нержавеющей стали либо другого материала, не подверженного влиянию горения или продуктов горения. Материалы компонентов баллона, таких как верхняя прокладка и изоляция проводов, должны быть жаропрочны, химически устойчивы и не вступать ни в какие химические реакции, которые могут изменить содержание хлора в жидкости внутри баллона.

A4.3.2 *Чашечка для образцов* из платины с внешним диаметром 24 мм внизу, 27 мм наверху и внешней высотой 12 мм, весом от 10 до 11 г; (ч*ашечка для образцов из*) непрозрачного кварцевого стекла широкой формы с внешним диаметром 29 мм наверху, высотой 19 мм и ёмкостью 5 мл (Примечание A4.1), либо капсюльный тигель из никеля (Kawin capsule) с диаметром 28 мм наверху, высотой 15 мм и ёмкостью 5 мл.

**Примечание A4.1.** Тигли из плавленого кварца гораздо более экономичны и долговечны, чем из платины. После каждого использования их необходимо ошкурить с помощью увлажнённой мелкозернистой шлифовальной шкурки, нагреть на горелке до тёмно-красного каления, опустить в горячую воду на 1 час, затем высушить и хранить до следующего использования в осушителе.

A4.3.3 *Провод зажигания* из платины, примерно 26 калибра по системе B&S.

A4.3.4 *Цепь зажигания* (Примечание A4.2), способная передавать достаточный ток для воспламенения нейлоновой нити или хлопчатобумажного фитиля без оплавления провода.

**Примечание A4.2.** В цепи зажигания должен использоваться тип переключателя, который постоянно находится в разомкнутом положении, если только оператор не удерживает его в замкнутом положении.

A4.3.5 *Нейлоновая швейная нить или хлопчатобумажный фитиль* белого цвета

A4.3.6 *Ионный хроматограф* с клапаном впрыска, пробоотборной петлёй, инжекторным клапаном, защитной, разделительной и подавляющей колонками, кондуктометрической ячейкой малого объёма (до 6 мкл) с температурной компенсацией и ленточным самописцем с полномасштабным откликом в пределах 2 секунд. Наличие интегратора электрических пиков необязательно. Ионный хроматограф должен обеспечивать скорость потока элюента от 2 до 5 мл/мин. с давлением от 1400 до 6900 кПа.

A4.3.7 *Разделительная колонка для анионов* с пелликулярной ионообменной смолой низкой ёмкости на основе стирол-дивинилбензола, способная определять анионы $Br^-$, $Cl^-$, $F^-$, $NO_3^-$, $NO_2^-$, $PO_4^{3-}$ и $SO_4^{2-}$, 4 X 250 мм.

A4.3.8 *Защитная колонка,* подобная разделительной колонке, но с размерами 4 X 50 мм, для защиты разделительной колонки от попадания органических частиц.

A4.3.9 *Подавляющая колонка* с катионообменной смолой с высокой ёмкостью для преобразования элюента и отделённых анионов в их кислотные формы.

A4.3.10 *Шприц* ёмкостью минимум 2 мл с вставляемым компрессионным фитингом.

### A4.4 Реактивы

A4.4.1 *Чистота реактивов*. Во всех измерениях должны использоваться реактивы чистые для анализа. Если не указано иначе, все реагенты должны соответствовать техническим требованиям (спецификациям) Комиссии по аналитическим реагентам Американского химического общества, если такие спецификации имеются. [9] Могут использоваться реактивы других степеней чистоты при условии, что предварительно установлено, что реагент имеет достаточную чистоту для его использования без ущерба для точности измерений.

A4.4.2 Деионизированная или дистиллированная вода, не оказывающая искажающего воздействия на минимальном пороге определения каждого элемента системы, очищенная через фильтр с размером пор мембраны 0,2 мкм во избежание закупоривания колонн.

A4.4.3 *Раствор элюента*, гидрокарбонат натрия-карбонат натрия, 0.003M $NaHCO_3$. 0.0024M $Na_2CO_3$: растворите 1,008 г $NaHCO_3$ и 1,0176 г $Na_2CO_3$ в воде и доведите объём раствора до 4 л.

A4.4.4 *Регенерирующий раствор 1,* $H_2SO_4$, 1 N. Раствор необходимо использовать, если подавляющая колонка не является постоянно регенерируемой.

A4.4.5 *Регенерирующий раствор 2,* $H_2SO_4$, 0,025 N. Разведите 2,8 мл концентрированной H2SO4 или 100 мл регенерирующего раствора 1 до объёма раствора 4 л. Раствор необходимо использовать с волоконными подавляющими колонками с постоянной регенерацией.

A4.4.6 Стандартные растворы анионов, 1000 мг/л. Подготовьте набор стандартных растворов анионов, отмерив указанное количество соли, высушенной до постоянного веса при 105 °C, доведите объём до 1000 мл. Храните растворы в пластиковых бутылках в холодильнике. Растворы сохраняют стабильность как минимум в течение месяца.

| Анион | Соль | Количество, г/л |
|---|---|---|
| $Cl^-$ | NaCl | 1.6485 |
| $F^-$ | NaF | 2.2100 |
| $Br^-$ | NaBr | 1.2876 |
| $NO_3^-$ | $NaNO_3$ | 1.3707 |
| $NO_2^-$ | $NaNO_2$ | 1.4998 |
| $PO_4^{3-}$ | $KH_2PO_4$ | 1.4330 |
| $SO_4^{2-}$ | $K_2SO_4$ | 1.8141 |

A4.4.7 *Стандартный комбинированный рабочий раствор высокой концентрации*.
Смешайте 10 мл стандартных растворов анионов $Cl^-$, $F^-$, $NO_3^-$, $NO_2^-$ и $PO_4^{3-}$, 1 мл раствора $Br^-$ и 100 мл стандартного раствора $SO_4^{2-}$, разведите до 1000 мл, поместите в пластиковую бутылку и храните в защищённом от света месте. Раствор содержит 10 мг/л каждого вида анионов $Cl^-$, $F^-$, $NO_3^-$, $NO_2^-$ и $PO_4^{3-}$, 1 мг $Br^-$ на литр и 100 мг $SO_4^{2-}$ на литр. Готовьте свежий раствор на каждый день.
A4.4.8 *Стандартный комбинированный рабочий раствор низкой концентрации*. Разведите 100 мл стандартного комбинированного рабочего раствора низкой концентрации до 1000 мл, поместите в пластиковую бутылку и храните в защищённом от света месте. Раствор содержит 1,0 мг/л каждого вида анионов $Cl^-$, $F^-$, $NO_3^-$, $NO_2^-$, и $PO_4^{3-}$, 0,1 мг $Br^-$ на литр и 10 мг $SO_4^{2-}$ на литр. Готовьте свежий раствор на каждый день.
A4.4.9 *Альтернативные комбинированные рабочие растворы*. Подготовьте комбинированные растворы в соответствии с концентрацией определяемых анионов. Если смесь не содержит анионы $NO_2^-$ и $PO_4^{3-}$, то комбинированный рабочий раствор будет сохранять стабильность в течение месяца.

**A4.5 Подготовка образцов**
A4.5.1 Пенетранты, проявители, эмульгаторы, магнитные масла:
A4.5.1.1 Отмерьте 50 г исследуемого материала в 150-мм чашку Петри.
A4.5.1.2 Поместите 150-мм чашку Петри в печь с температурой от 194 °F (90 °C) до 212 °F (100 °C) на 60 мин.
A4.5.1.3 Дайте исследуемому материалу остыть до комнатной температуры.
A4.5.2 *Обезжиривающие растворители:*
A4.5.2.1 Взвесьте пустой алюминиевый лоток.
A4.5.2.2 Отмерьте 100 г растворителя в алюминиевый лоток
A4.5.2.3 Поместите алюминиевый лоток на горячую плиту в вытяжном колпаке
A4.5.2.4 Оставьте материал испаряться до тех пор, пока лоток будет почти сухой.
A4.5.2.5 Поместите алюминиевый лоток в печь с температурой от 194 °F (90 °C) до 212 °F (100 °C) на 10 мин.
A4.5.2.6 Достаньте лоток из печи и дайте остыть.
A4.5.2.7 Повторно взвесьте лоток и зафиксируйте результат.
Примечание A4.3 Для очистителей: если доля остатка составляет меньше 50 ppm, укажите вес остатка в отчёте. Если вес остатка больше 50 ppm веса исходного материала, то переходите к тестовой процедуре с баллоном.

**A4.6 Процедура разложения**
A4.6.1 *Подготовка баллона и образца*. Отрежьте кусок провода зажигания длиной примерно 100 мм. Среднюю часть проволоки (около 20 мм) сверните в спираль, свободные концы присоедините к клеммам. Расположите спираль таким образом, чтобы она находилась над чашечкой для образцов и ближе к одной её стороне. Поместите в баллон 5 мл раствора $Na_2CO_3/NaHCO_3$, накройте баллон крышкой и интенсивно встряхивайте в течение 15 с для распределения раствора по внутренней поверхности баллона. Откройте баллон, поместите чашечку для образцов, наполненную образцом, на клеммодержатель, между проводом и образцом поместите небольшой кусок нити. Вес образца не должен превышать 1 г. Если образец твёрдый, добавьте несколько капель белого масла, чтобы обеспечить возгорание.
**Примечание A4.4.** Если общий вес хлора в образце будет более 20 мг, то это может привести к коррозии баллона. Во избежание этого вес образцов с ожидаемым содержанием хлора более 2% не должен превышать указанных ниже значений:

| Содержание хлора, % | Вес образца, г | Вес белого масла, г |
|---|---|---|
| от 2 до 5 | 0,4 | 0,4 |
| от 5 до 10 | 0,2 | 0,6 |
| от 10 до 20 | 0,1 | 0,7 |
| от 20 до 50 | 0,05 | 0,7 |

**Внимание!** Суммарный вес образца и белого масла или другого не содержащего фтор горючего вещества не должен превышать 1 г.

A4.6.2~~11~~ *Добавление кислорода*. Поместите чашечку для образцов в нужное положение и положите нейлоновую нить или хлопчатобумажный фитиль таким образом, чтобы один конец нити (фитиля) касался образца. Соберите баллон, плотно закройте крышку. Подавайте кислород (см. Примечание A4.5) медленно, чтобы исследуемый образец не выдувался из тигля, доведите давление в баллоне до значения, указанного в Таблице A4.1.
**Примечание A4.5** Не рекомендуется подавать кислород и зажигать образец, если баллон подвергался встряске, падению или наклону.
A4.6.3~~11~~ Сгорание. Погрузите баллон в ванну с холодной водой. Соедините электрический вывод баллона с разомкнутой электрической цепью. Замкните цепь для воспламенения образца. Извлеките баллон из ванны после погружения как минимум на 10 мин. Медленно и равномерно сбросьте давление, эта операция должна занимать не менее 1 мин. Откройте баллон и исследуйте содержимое. Если видны остатки несгоревшего масла или сажи, исследование должно быть отменено. Тщательно вымойте баллон перед повторным использованием.
A4.6.4~~2.1~~ *Сбор раствора*. Чистым пинцетом извлеките чашечку для образцов, обмойте деионизированной водой, слейте в 100-мл мерную колбу. Тонкой струёй деионизированной воды из промывалки обмойте стенки корпуса баллона, всё смытое слейте в мерную колбу через фильтровальную бумагу. Далее обмойте крышку баллона и электрические контакты, слейте в колбу через фильтр. Добавьте деионизированную воду и доведите раствор в колбе до метки. Для проведения ионохроматографического анализа используйте аликвоты данного раствора.
**A4.7 Процедура**
A.4.7.1 Установление равновесия в системе. Включите ионный хроматограф и отрегулируйте скорость потока элюента так, чтобы получить приблизительное равенство разделению, указанному на Рис. A4.1 (от 2 до 3 мл/мин.). Установите масштаб шкалы детектора на желаемый уровень (обычно 10 мкСм) и дайте системе прийти в равновесие (от 15 до 20 мин.). Ровная базовая линия означает равновесное состояние. Отрегулируйте смещение шкалы детектора так, чтобы обнулить влияние проводимости элюента. При использовании волоконного подавителя установите скорость регенерирующего потока

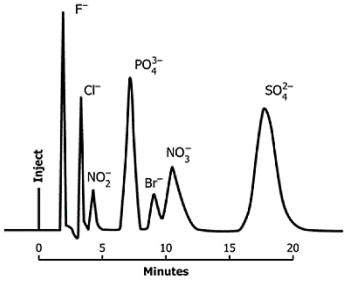
для поддержания стабильности измерений, обычно на уровне 2,5-3 мл/мин.

A.4.7.1.1 Настройте ионный хроматограф в соответствии с инструкцией производителя.

**Таблица А4.1 Манометрическое давление**

| Ёмкость баллона, мл | Манометрическое давление, Атм [МПа] мин [A] | макс |
|---|---|---|
| от 300 до 350 | 38 | 40 |
| от >350 до 400 | 35 | 37 |
| от >400 до 450 | 30 | 32 |
| от >450 до 500 | 27 | 29 |

[A] Минимальное ~~значение указывает~~ давление – это давление, при котором обеспечивается ~~количества~~ достаточное к для полного сгорания. М но как требование б




*Inject - ввод*
*Minutes - минуты*
**Рис. А4.1 Типичный профиль анионов**

A4.7.2 Калибрование. Введите стандартные растворы, содержащие один или несколько видов анионов, и установите приблизительное время удерживания. Измеряемое время может различаться в зависимости от условий анализа, однако, если используется стандартный элюент и разделительная колонка для анионов, то время удерживания всегда будет возрастать в последовательности: $F^-$, $Cl^-$, $NO_2^-$, $PO_4^{3-}$, $Br^-$, $NO_3^-$ и $SO_4^{2-}$. Введите растворы по меньшей мере трёх различных концентраций для каждого определяемого аниона и постройте калибровочный график, отмечая на миллиметровой бумаге точки или зоны пиков для соответствующей концентрации. Для оборудования, требующего регенерации подавляющей колонки, взаимодействие анионов $NO_2^-$ с системой подавления может привести к искажению в определении $NO_2^-$. Эти измерения необходимо проводить тогда, когда подавляющая колонка имеет ту же степень отработки, что и при стандартизации, либо же часто проводить калибрование. В данном типе системы провал по воде (См. Примечание А4.6) может немного изменяться по мере отработки подавляющей колонки, и при сильном потоке в колонке это может вызвать искажение в определении анионов $F^-$ или $Cl^-$. Для устранения этого искажения необходимо проанализировать стандартные растворы, данные по которым граничат с ожидаемым результатом или устранить провал по воде путём разбавления образца элюентом или добавления концентрированного элюента в образец для создания в образце такой же концентрации $HCO_3^-/CO_3^{2-}$, как и в самом элюенте. Если вносятся изменения в раствор образца, то необходимо аналогично скорректировать значения по стандартным растворам и данные слепых опытов. И калибрование, и расчёт результатов могут быть выполнены как вручную, так и с помощью компьютера и соответствующего программного обеспечения.

**Примечание А4.6** Провал по воде возникает из-за того, что электропроводность образца меньше, чем элюента (элюент разведён водой).

A4.7.2.1 Если для данных настроек детектора достигнута линейность, то возможно проведение калибрования по одному стандартному раствору. Отметьте точки или зоны пиков и время удерживания для расчёта калибровочного коэффициента F.

A4.7.3 *Анализ образцов*. При необходимости удалите твёрдые частицы из образцов путём фильтрования через предварительно промытый мембранный фильтр с диаметром пор 0,2 мкм. С помощью предварительно промытого шприца ёмкостью то 1 до 10 мл, имеющего фитинг с фиксатором Люэра, введите раствор образца или стандартный раствор. Количество вводимого образца должно бать достаточным, чтобы промыть пробоотборную петлю несколько раз: для пробоотборной петли в 0,1 мл необходимо ввести как минимум 1 мл раствора. Переключите режим ионного хроматографа с загрузки на ввод и зафиксируйте пиковые точки и время удерживания с помощью ленточного самописца. После появления последнего пика ($SO_4^{2-}$) и перехода сигнала проводимости в базовую линию можно вводить следующий образец.

A4.7.4 *Регенерация*. Для систем без системы волоконного подавления проводите регенерацию раствором 1 N $H_2SO_4$ в соответствии с инструкциями производителя тогда, когда базовая линия проводимости превышает 300 мкСм при включённой подавляющей колонке.

**A4.8 Расчёт.**

A4.8.1 Рассчитайте концентрацию каждого аниона в мг/л путём соотнесения с соответствующим калибровочным графиком. Если же график значений линейный, то используйте следующую формулу:

$$C = H \times F \times D, \quad \text{(A4.1)}$$

*где:*
*C = мг аниона на литр,*
*F = пиковая точка или зона и*
*D= коэффициент разведения для образцов, требующих разведения.*

**A4.9 Прецизионность и погрешность**

A4.9.1 Образцы лабораторной воды, к которым были добавлены часто встречающиеся анионы, были проанализированы в 15 лабораториях с результатами, указанными в Таблице А4.2

**Таблица A4.2 Прецизионность и точность при определении анионов с разными уровнями концентрации в лабораторной воде**

| Анион | Добавленное количество, мг/л | Обнаруженное количество, мг/л | Общая прецизионность, мг/л | Прецизионность у одного лаборанта, мг/л | Существенные систематические погрешности с вероятностью 95% |
|---|---|---|---|---|---|
| $F^-$ | 0.48 | 0.49 | 0.05 | 0.03 | Нет |
| $F^-$ | 4.84 | 4.64 | 0.52 | 0.46 | Нет |
| Cl | 0.76 | 0.86 | 0.38 | 0.11 | Нет |
| $Cl^-$ | 17 | 17.2 | 0.82 | 0.43 | Нет |
| Cl | 455 | 471 | 46 | 13 | Нет |
| $NO_2$ | 0.45 | 0.09 | 0.09 | 0.04 | Да, отриц. |
| $NO_2$ | 21.8 | 19.4 | 1.9 | 1.3 | Да, отриц. |
| $Br^-$ | 0.25 | 0.25 | 0.04 | 0.02 | Нет |
| $Br^-$ | 13.7 | 12.9 | 1.0 | 0.6 | Нет |
| $PO_4^{3-}$ | 0.18 | 0.10 | 0.06 | 0.03 | Да, отриц. |
| $PO_4^{3-}$ | 0.49 | 0.34 | 0.15 | 0.17 | Да, отриц. |
| $NO_3^-$ | 0.50 | 0.33 | 0.16 | 0.03 | Нет |
| $NO_3^-$ | 15.1 | 14.8 | 1.15 | 0.9 | Нет |
| $SO_4^{2-}$ | 0.51 | 0.52 | 0.07 | 0.03 | Нет |
| $SO_4^{2-}$ | 43.7 | 43.5 | 2.5 | 2.2 | Нет |

## КРАТКИЙ ОБЗОР ИЗМЕНЕНИЙ

Комитет E07 определил расположение определенных изменений в данном стандарте с момента последней публикации (E165/E165M-12), которые могут повлиять на использование данного стандарта.

*(1)* К. п. 2.1 добавлены: Спецификация D329, Спецификация D770 и Стандартный метод E3022; внесены различные редакторские правки в Раздел 2.
*(2)* Во всем документе формулировки «черный свет» и «ультрафиолетовый» заменены на УФ-А.
*(3)* Удалены ссылки на MIL-I-25135 и QPL-25135.
*(4)* В п. 8.5.1 изменен критерий максимального времени проявления.
*(5)* Добавлено рекомендуемое расстояние от струйных форсунок до образца во время промывки в п. 8.6.1.1.
*(6)* Удален п. 8.6.1.2 и формулировки из него добавлены в п. 8.6.4.
*(7)* Изменена формулировка п. 8.6.4, в которую включен п. 8.6.1.2 и примечание, что промывка должна происходить при освещении, подходящем для данного метода.
*(8)* П. 8.9.1.1 обновлен, в нем рассматривается потеря интенсивности свечения светодиода после прогрева и рекомендовано для компенсации использовать более высокую интенсивность.
*(9)* Добавлен ISO 9712, чтобы привести в соответствие формулировку с другими документами ASTM.
*(10)* Добавлен знак > к трем диапазонам величин в таблицах в п. A3.1 и A4.1.
*(11)* Произведены редакторские правки во всем документе.

*ASTM International (Американское общество по испытаниям и материалам) не несет ответственности за действительность любых из заявленных патентных прав в любом пункте, упомянутом в данном стандарте. Обратите внимание, что ответственность за установление действительности любых таких патентных прав, а также риска нарушения этих прав, возлагается полностью на тех, кто пользуется данным стандартом.*

*Данный стандарт может быть пересмотрен в любое время ответственным техническим комитетом и должен пересматриваться каждые пять лет, и если не было исправлений, либо заново утверждаться, либо отзываться. Принимаются Ваши комментарии по исправлению данного стандарта или по дополнительным стандартам, они должны быть адресованы в штаб-квартиру ASTM International. Ваши комментарии будут внимательно рассмотрены на собрании ответственной технической комиссии, на котором Вы можете присутствовать. Если Вы считаете, что Ваши комментарии не получили объективного разбирательства, следует сообщить об этом в Комитет по стандартам ASTM, по адресу, указанному ниже.*

*Данный стандарт охраняется авторским правом ASTM International, США, штат Пенсильвания, 19428-2959, Уэст-Коншохокен, а/я C700, Барр-Харбор-Драйв, д. 100. Отдельная перепечатка (одного или более экземпляров) данного стандарта может быть разрешена после обращения в ASTM по указанному выше адресу или по телефону 610-832-9585, факсу 610-832-9555 или по email: service@astm.org; или на сайте ASTM (www.astm.org). Права на разрешение фотокопирования стандарта также можно получить в Центре по проверке авторских прав (Copyright Clearance Center), США, штат Массачусетс, 01923 г. Данверс, Роузвуд-Драйв, д. 222, тел.: (978) 648-2600; http://www.copyright.com/*