

无损检测质量控制规范渗透检验

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本规范规定了渗透检验中影响检验结果可靠性的主要因素的质量控制要求。其内容包括环境条件、设备、仪器和标块、检验用的材料、工艺要求、技术文件及对人员的要求。

1.2 适用范围

本规范适用于军工产品所用的材料及零部件渗透检验的质量控制。

2 引用标准

GB 261 石油产品闪点测定法(闭口杯法)

GB 265 石油产品运动粘度测定法

GB 260 石油产品水份测定法

GB 378 发动机燃料铜片腐蚀试验法

3 环境条件

3.1 厂房及暗室

3.1.1 厂房的面积大小应根据被检零件的形状、尺寸、数量、及相应形式的检验生产线而定。检验场地应有足够的活动空间、有水磨石地面,并设有排水沟。

3.1.2 厂房内应设置抽排风装置和压缩空气管路,空压管路上应装油水分离器和压力表(压力在 $15 \times 10^4 \sim 30 \times 10^4 \text{ Pa}$)。厂房内相对湿度不超过 80%,温度应不低于 15°C 。

3.1.3 厂房内应清洁有序,不准堆放与检验无关的杂物。

3.1.4 暗室内应设置排风装置,排风进气口要安装静电除尘器,以防污染环境。并且,暗室内的白光照射度应低于 201x 。

3.1.5 暗室内最好安装空调设备。

3.2 静电喷涂间及污水处理间

3.2.1 静电喷涂间墙壁应采用瓷砖砌成,地面倾斜 $10 \sim 20^\circ$,以便排放污水。

3.2.2 污水处理间应符合环保部门对渗透液废水处理的要求。

4 设备、仪器和标块

4.1 黑光灯

4.1.1 黑光灯的波长范围为 $330 \sim 390\text{nm}$,峰值为 365nm 。距黑光灯滤光板表面 380mm 处的紫外线辐照度不应低于 $1000\mu\text{w}/\text{cm}^2$ 。

4.1.2 水槽上方设置的吊挂式防爆黑光灯的紫外线辐照度,在零件的观察面上应不低于 $800\mu\text{w}/\text{cm}^2$ 。

4.1.3 黑光灯电源电压波动超过 $\pm 10\%$ 时应安装稳压器。

4.2 紫外线辐照度计

紫外线辐照度计用以测量紫外线辐照度,其波长范围为 300~400nm,峰值为 365nm。

4.3 荧光亮度计

荧光亮度计用以测定和比较荧光渗透剂的荧光亮度,其波长范围为 430~520nm,峰值为 500~520nm。

4.4 照度计

照度计的量程范围为 0~1600lx 及 0~6450lx。

4.5 渗透剂诸性能的检测仪器参阅附录 B(补充件)。

4.6 检验工艺设备

4.6.1 根据检验零件的尺寸、规格、数量及形状等,制作各种类型的工艺设备,如渗透剂槽、乳化槽、清洗槽、恒温热风循环烘箱或干燥装置、显像剂槽或喷粉柜等。

4.6.2 清洗水槽应配备水喷枪或可调式压力冲洗喷头等清洗工具,并可调节水温、水压及流量。

4.6.3 渗透剂槽、乳化剂槽应配置泵和喷浇液体的喷咀,以便浇涂液体或更换槽液。湿显像剂槽内应加设电动搅拌器。

4.7 深孔内壁黑光导检查仪及笔式黑光灯等设备,用于检查深孔和零件内壁的缺陷。

4.8 应配置 5~10 倍带刻度尺的放大镜。

4.9 便携式气压喷罐,用于外场或没有水电的地方从事渗透检验。

4.10 设备的控制校验

4.10.1 紫外线辐照度计、荧光亮度计及照度计应每年校验一次。

4.10.2 黑光灯的紫外线辐照度应每周校验一次。

4.10.3 渗透检验工艺设备,如清洗槽、渗透剂槽、水槽和显像剂槽,应每半年至少维修一次。

4.10.4 对空气管路的清洁度、槽液的水平面和设备的清洁度应每班检查一次。

4.10.5 对压缩空气管路上的压力表和油水分离器应每半年校验一次。

4.10.6 每班工作前必须用灵敏度试块或带有已知缺陷的试块校验系统灵敏度,校验合格后方可进行工作。

4.10.7 所有的校验和检查结果均应记录在专用记录本上。

4.11 标准试块

标准试块用于校验渗透剂性能及检查操作方法是否合适。

4.11.1 渗透检验用的标块分为铝合金淬火试块(A型试块)、不锈钢镀铬试块(B型试块)、和黄铜板镀镍铬定量试块(C型试块)三种,其用途见表 1。

表 1 试块的类型和用途

标块类型	用 途
A	比较两种渗透剂性能的优劣
B	校验操作方法和工艺系统灵敏度
C	鉴别各种类型渗透剂性能和灵敏度等级

4.11.2 提供上述三种标准试块的厂应得到认可。

4.11.3 荧光检验用的标准试块不能用于着色渗透检验。

4.11.4 试块使用之后,要按所附说明书的规定进行彻底清洗,不应残留任何渗透剂的痕迹。清洗后,将试块存放在由 50%(v/v)丙酮及 50%(v/v)无水乙醇的混合溶剂的密封容器中,或按有关试块使用说明书中的规定保存。

4.11.5 当发现块状有堵塞或灵敏度与原先比较有下降时,必须及时更换。

5 检验用的材料

渗透检验用的材料由渗透剂、清洗剂(或乳化剂)、及显像剂组成。

5.1 本规范所述的渗透检验用材料,必须采用一家厂商提供的、同族组的产品,不同族组的产品不能混用。未经有关部门鉴定、验收或批准的产品不准采用。当配置成分或制作方法的改变超出正常的允限时应重新鉴定。渗透检验材料的性能鉴定项目如表2所示;性能要求见附录A(补充件);相应的试验方法见附录B(补充件)。

表2 渗透检验用材料的性能鉴定项目

材 料	鉴 定 项 目
渗透检验用材料	1. 毒性 2. 腐蚀性 3. 闪点 4. 粘度 5. 贮藏稳定性 6. 氯、氟及硫含量 7. 与氧的相容性
渗透剂	1. 表面润湿 2. 持续停留时间 3. 颜色 4. 荧光特性(颜色、亮度、紫外线下的稳定性、热稳定性) 5. 允许含水量 6. 温度稳定性 7. 槽液寿命 8. 可去除性
乳化剂	1. 颜色 2. 渗透剂污染 3. 允许含水量 4. 槽液寿命 5. 浓度 6. 温度稳定性
显像剂	1. 对比性 2. 湿显像剂的再悬浮性、沉淀性和适用性 3. 干显像剂的松散性、荧光污染及水污染 4. 可去除性
溶剂去除剂	1. 残馀渗透剂 2. 油状残余物
—	“渗透剂去除剂显像剂”的系统灵敏度

5.2 使用部门的抽查

5.2.1 工厂对每批材料的性能应在入厂时进行抽查,合格的方可使用。并抽取1kg合格的材料作为校验使用过程中渗透检验材料的标准样品。

5.2.2 渗透检验材料的抽查项目见表3。

表3 渗透检验材料的抽查项目

材 料	抽查项目	备 注
渗透剂	闪点、粘度、荧光亮度、可去除性、含水量、灵敏度(C型试块)	所用试验方法 见附录B 要求见附录A
浮化剂	含水量	
显像剂	干式显像剂的松散度、湿式显像剂的再悬浮性、沉淀性 (沉降速率)、可去除性	

5.3 使用过程中渗透检验材料的校验

5.3.1 渗透液的校验按表4进行。

表4 渗透液的校验周期和判定

测试项目	校验周期	判 定
荧光亮度	3个月	被测渗透液的荧光亮度下降到同批标准样品的85%以下,不准使用
含水量	3个月	按本规范规定的方法进行一次腐蚀性试验,不符合要求时不准使用
腐蚀性	6个月	按本规范规定的方法进行一次含水量试验,不符合要求时不准使用
密 度	1个月	进行一次密度(即比重)测定,如发现密度超过同批标准样品之密度值时,不准使用
灵敏度	C型试块	作灵敏度校验,低于同批材料的标准样品,则不准使用
	B型试块	
可去除性	1天	如发现明显的沉淀或可去除性下降,可按本规范作可去除性试验和系统灵敏度测定,如不符合要求,则不准使用

5.3.2 乳化剂的校验按表5规定进行。

表5 乳化剂的校验周期和判定

测试项目	校验周期	判 定
乳化能力和可去除性	1个月	按本规范附录B5进行一次,如发现乳化能力下降,清洗不良时则不准使用
外观检查	1天	如发现明显的沉淀及粘度增大而引起乳化能力下降时,不准使用
紫外线检查	7天	如发现乳化剂中有荧光污染而影响使用时,则不准使用

5.3.3 显像剂的校验按表6规定进行

类型	测试项目	周期	判定
干式	外观	每班	进行一次外观检查,如发现明显的荧光及凝聚现象,则不准使用
湿式	紫外线或浓度试验	1个月	至少进行一次检查,如发现明显的荧光浓度不符合要求,不准使用
湿式	再悬浮试验	1个月	按本规范规定的方法进行一次再悬浮试验,如不符合要求则不准使用
湿式	沉淀性(沉降速率)试验	1个月	按本规范规定的方法进行一次试验,如不符合要求,不准使用
干式	松散度试验	1个月	按本规范规定的方法进行一次试验,如不符合要求则不准使用
干式与湿式	A型标准试块	7天	按本规范规定的方法进行一次试验,如发现显像能力不降和失去附着力,则不准使用

6 工艺要求

6.1 灵敏度试验要求

每班开始工作之前或检验条件变化时,用A型标准试块或B型镀铬试块校验系统的灵敏度;缺陷显示

的亮度及颜色深度应与试块显示的复制品(或照片)进行对比,合格后方可进行检验工作。

6.2 零件的预清洗要求

6.2.1 清洗材料及清洗方法必须不影响渗透材料的性能,且不得有损被检零件。

6.2.2 用合适的液体溶剂或气流去除零件表面及缺陷内的油脂、铁锈等污物。

6.2.3 清洗之后的零件必须经干燥处理。

6.3 被检零件渗透操作要求

6.3.1 在渗透时间内,必须用渗透剂将被检部位的表面全部润湿或复盖。

6.3.2 零件及渗透液的温度应保持在 $15\sim 40^{\circ}\text{C}$ 之间。

6.3.3 渗透时间应根据渗透液的种类、被检零件的材质、用途及缺陷的性质来确定,应确保规定的渗透时间。

6.4 施加乳化剂要求

6.4.1 采用适当的施加方法,严禁涂刷。当把与渗透剂同族组的乳化剂施加在零件表面上时,要确保被检零件能均匀乳化。

6.4.2 乳化时间取决于乳化剂的乳化能力、浓度、零件表面状态和缺陷类型等因素,要严格控制乳化时间,必须防止“过乳化”。

6.5 表面渗透剂的清除

6.5.1 水洗型和后乳化型渗透剂

零件经充分渗透和乳化以后,清洗时,必须在黑光灯下边清洗边观察,以免清洗不足或清洗过度。水温应为 $15\sim 45^{\circ}\text{C}$,水压应为 $10\times 10^4\sim 30\times 10^4\text{Pa}$ 。

6.5.2 溶剂型渗透剂的去除

先用不起毛和有吸收能力的布擦去大部分渗透剂,再用不起毛、清洁、干燥的布沾溶剂擦去剩余在表面上的渗透剂。不允许直接用喷罐对零件喷洗。

6.6 零件干燥

6.6.1 用清洁、干燥和经过滤的压缩空气吹去零件表面的水份,其压力不超过 $15\times 10^4\text{Pa}$;喷嘴与零件相距不小于 30cm 。

6.6.2 用温度不超过 80°C 的热空气循环烘箱(或其它干燥方法)干燥零件。时间随零件尺寸、形状及材料而定,干燥的时间应尽量短。

6.7 施加显像剂

6.7.1 干粉显像时,把同一族组的显像剂薄而均匀地施加在零件表面上。

6.7.2 悬浮湿显像剂使用前须充分搅拌均匀,使显像粉保持在悬浮分散状态。

6.7.3 用喷射装置喷射湿显像剂时,应与被检表面保持一定的枪距(约 $200\sim 300\text{mm}$),使显像剂薄而均匀的复盖在零件表面,避免过近而造成淌流。

6.7.4 显像时间应根据检验方法和缺陷的性质确定,一般不少于 10min ,但不能超过 3h 。

6.8 荧光检验

6.8.1 黑光灯启动 $10\sim 15\text{s}$ 后方可工作。

6.8.2 被检部位上的紫外线辐照度应不低于 $1000\mu\text{W}/\text{cm}^2$ 。

6.8.3 检验员进入暗室后,眼睛至少要有约 5min 的暗场适应时间,并应配带防紫外线的变色眼睛。

6.9 着色检验

必须在自然光或白光照明度不少于 1000lx 的灯光下检验,并应无其它反射光。

6.10 后处理

零件检验完以后,如果残余渗透剂和显像剂对零件随后的处理或使用有影响(如腐蚀)时必须彻底清

洗、干燥。

6.11 零件的标识

- 6.11.1 零件显示出缺陷,可根据需要分别用照片、示意图及复印等方法记下其痕迹及位置。
- 6.11.2 渗透检验合格的零件,按设计或工艺部门规定的标印方法和位置标记“合格”印记。
- 6.11.3 不合格的零件必须作出明显标记,并严格隔离。

7 技术文件

7.1 检验规程

7.1.1 对每种材料及每一类型的受检件均应编有渗透检验规程,经有关部门审批后使用。算内容应包括:

- a. 编写规程所依据的文件、说明书编号、编写及修改日期;
- b. 受检件的名称、图号、检查部位;
- c. 检验工序中应控制的内容:预清洗方法、渗透方法、渗透时间、渗透剂牌号、乳化剂牌号、乳化时间、清洗方法、水温、水压、压缩空气压力、干燥温度、干燥时间、显像方法和时间、显像剂牌号、暗室白光强度、紫外线辐照度等;
- d. 验收标准。

7.1.2 渗透检验规程须经本专业Ⅲ级人员或工程师审校,经有关部门批准后生效。

7.2 检验记录

7.2.1 检验记录内容包括申请单位、日期、零件名称、图号、材料、编号或炉批号、零件数量、合格数、不合格数、显示缺陷特征、操作者和检验者。

7.2.2 检验记录应编号保存,保存期限按有关单位的规定执行。

7.3 校验记录

本规范所涉及的有关仪器、设备、检验用材料的检验记录均应编号保存备查,保存期限按有关单位的规定执行。

8 人员

8.1 从事渗透检验的人员必须取得技术资格证书。

8.2 各级人员只能从事与本人资格相应的技术工作。

附录 A

渗透检验用材料

的质量鉴定项目及性能要求

(补充件)

A1 材料的理化性能

A1.1 毒性

应对材料是否有毒性予以严格的鉴定。在干粉显像剂中不应含有石棉。

A1.2 腐蚀性

制造厂提供的所有检验材料包括去离子水混合情况下的水湿显像剂应是无腐蚀性的,且不应使被检件表面变色,当按附录 B1.1, B1.2 试验时,用 10 倍放大镜目视检查,试板应无明显凹坑、腐蚀、裂纹或表面变色情况。当按附录 B1.3 试验的被涂试板与未涂试板比较时,前者不应有更多的腐蚀、氧化痕迹。

A1.3 闪点

将在敞口的槽子或容器里使用的渗透剂和后乳化亲油渗透剂用的乳化剂按附录 B2 做试验时,最低闪点应有 93℃。

A1.4 粘度

当按附录 B3 做试验时,所有通过其它鉴定项目的每种渗透剂和乳化剂材料,要求其粘度不超过标称值的 $\pm 10\%$ 。

A1.5 贮藏稳定性

在 16~38℃ 的温度范围内,未使用过的密封装满的每项材料,在仓库条件下存放一年,性能应仍满足要求。

A1.6 氯、氟和硫含量

对奥氏体不锈钢、钛或镍基合金制件,应对所用渗透检验材料进行氯、氟和硫含量的测定,无特殊规定时,硫含量不得大于 1%,氯和氟含量不得大于 1%。

A1.7 与氧相容性试验

使用时暴露于液态或气态氧中的零件在做渗透检验时,尚须测定检验用材料和液氧的相容性及相对敏感度。

A2 渗透剂性能

A2.1 表面润湿

当按附录 B4 进行试验时,所有渗透剂应很容易润湿表面,渗透剂膜层不应收缩,且不应形成小泡。

A2.2 持续停留时间

渗透剂在 $20 \pm 5^\circ\text{C}$ 的温度条件下停留 4h 后应可通过相应的可去除性试验(见附录 B5)。

A2.3 颜色

对于着色染料和着色—荧光染料渗透剂,在白光下观察,其颜色应是红色、橙色或紫色。

A2.4 荧光特性

a. 颜色 对于荧光染料渗透剂,用紫外线照射时应发黄绿色或绿色荧光;对于着色—荧光染料渗透剂,用紫外线照射时应发荧光。

b. 亮度 在按附录 B6 进行试验时,荧光染料渗透剂和着色—荧光染料渗透剂的荧光亮度应不低于相应标准渗透剂亮度的 85%。

c. 紫外线下的稳定性 按附录 B7 试验时,暴露于紫外线下的试样平均荧光亮度与未暴露于紫外线下试样的平均荧光亮度相比较,最低合格值分别为

低级灵敏度渗透剂	50%
中级灵敏度渗透剂	50%
高级和超高级灵敏度渗透剂	70%

d. 热稳定性按附录 B8 进行试验时,暴露于高温下的试样其平均荧光亮度与未暴露于高温下试样的平均荧光亮度相比较,最低合格值分别为

低级、中级灵敏度渗透剂	60%
高级、超高级灵敏度渗透剂	80%。

A2.5 允许含水量

在可水洗渗透剂中加入 5%(v/v) 的水,按附录 B9 进行试验时,渗透剂不能产生凝胶、离析、混浊、凝聚或在渗透剂面上形成分层。

A2.6 温度稳定性

所有渗透剂材料在按附录 B10 进行试验时不应显示有离析。此外,可水洗渗透剂在经受该试验并回到

室温时,含水量仍应符合 A2.5 要求。

A2.7 槽液寿命

所有渗透剂在按附录 B11 做试验时不应显示离析、沉淀或形成泡沫。

A2.8 可去除性

当按附录 B5 进行试验时,遗留的渗透剂不应多于相同灵敏度等级的标准渗透剂。

A3 乳化剂性能

A3.1 着色染料系列和荧光染料系列乳化剂

在白光和紫外光下观察时,这两种系列的乳化剂与相应渗透剂的颜色应有明显的差别。

A3.2 亲油性乳化剂(荧光染料系列、亲油后乳化法)

a. 渗透剂污染 当在用附录 B5.1 规定的试板上施加 4 份体积被测乳化剂和 1 份体积渗透剂的混合物,按附录 B5.4(或 B5.5)的规定进行试验时,与相应标准材料的混合物比较,下应有更多的残余荧光。

b. 允许含水量 在后乳化亲油乳化剂中加入 5%(v/v)的水,按附录 B9 进行试验时,不应产生凝胶、离析、混浊或形成水层。加入 5%(v/v)水的乳化剂,当其与合适的渗透剂配用时,也应符合 A2.5 和 A3.2(a)的要求。

c. 槽液寿命 当按附录 B11 进行试验时,不应显示离析、沉淀或泡沫。

d. 温度稳定性 当按附录 B10 进行试验时,后乳化亲油性乳化剂的组份不得离析。

A3.3 亲水性乳化剂(荧光染料系列、后乳化)

a. 浓度 亲水性乳化剂在进行试验时,应根据制造商的推荐方法稀释。

b. 允许含水量 浓缩乳化剂的含水量当按附录 B12 进行试验时最大为 5%(v/v)。

c. 温度稳定性 当按附录 B10 进行试验时,后乳化亲水浓缩乳化剂的组份不得离析。

A4 显像剂性能

A4.1 对比性 用于着色染料渗透剂的显像剂应能提供良好的对比背景,用于荧光染料渗透剂的显像剂当其暴露在紫外线下时,不应比相应的标准显像剂呈现更多的荧光。

A4.2 非水湿显像剂

a. 再悬浮 当按附录 B13.1 试验时,轻微摇动就可将已形成的沉淀重新悬浮。

b. 适用性 当按附录 B14.3 进行灵敏度试验时,应能在被检试样表面提供均匀一致的极薄涂层。

A4.3 水溶和水悬浮显像剂

当以干状态提供时,关于配比的说明应标在容器或包装上。

a. 再悬浮(可悬浮显像剂) 当按附录 B13.2 试验时,轻微摇动就可将已形成的沉淀很容易地再悬浮。

b. 适用性、当按附录 B14.3 做灵敏度试验时,在被检试板的表面上应能提供均匀一致的涂层。

A4.4 湿显像剂的沉淀性(沉降速率)

测试方法和要求见附录 B15。

A4.5 干式显像剂

干式显像剂是一种颗粒极细吸附性极强的白色粉末。粒度为微米级,在紫外线下应不发荧光。

a. 干式显像剂的松散性(密度) 当按附录 B16 进行试验时,干粉的松装密度应不小于 0.075,而经摇晃的密度不应大于 0.13。

b. 干式显像剂的荧光性污染和水污染 试验方法按附录 B17 进行。

A4.6 可去除性

当按附录 B18 进行试验时,所有显像剂应与相应的标准显像剂同样容易彻底去除。

A5 溶剂去除剂性能

当按附录 B5.3 进行试验时应不比标准溶剂去除剂遗留更多的残余渗透剂。另外,溶剂去除剂也不应在试板上留下油状残余物。

A6 “渗透剂—去除剂—显像剂”的系统灵敏度

当按附录 B14 进行试验时,试板上所显示出的痕迹,其亮度和数量应等于或超过相准材料所得痕迹。

附录 B

渗透检验用材料的质量

鉴定项目及试验方法

(补充件)

B1 腐蚀特性

B1.1 中温腐蚀性

被检材料的中温腐蚀特性应在裸的 LC9-T6 铝合金、MB-5 镁合金和 30CrMo 钢的试板上评定。试板应有足够的长度使被检材料在其表面上能够淌流。腐蚀试板应按 GB378 制备,但 MB-5 镁合金最后应用蒸馏水漂洗。每一试板应单独漂洗和弄干。在整个制备阶段不允许水滞留在试板上。腐蚀试验应按照 GB378 进行。

B1.2 钛合金热盐应力腐蚀

试板应是退火状态的 TC4 合金。

B1.2.1 试板的制备

试板尺寸如图 B1.A,流线方向应平行于长度方向。

试板表面应按照 GB378 制备。试板应在半径为 7mm 的芯棒上弯成一个 $65 \pm 5^\circ$ 的过渡角(见图 B1.B)。

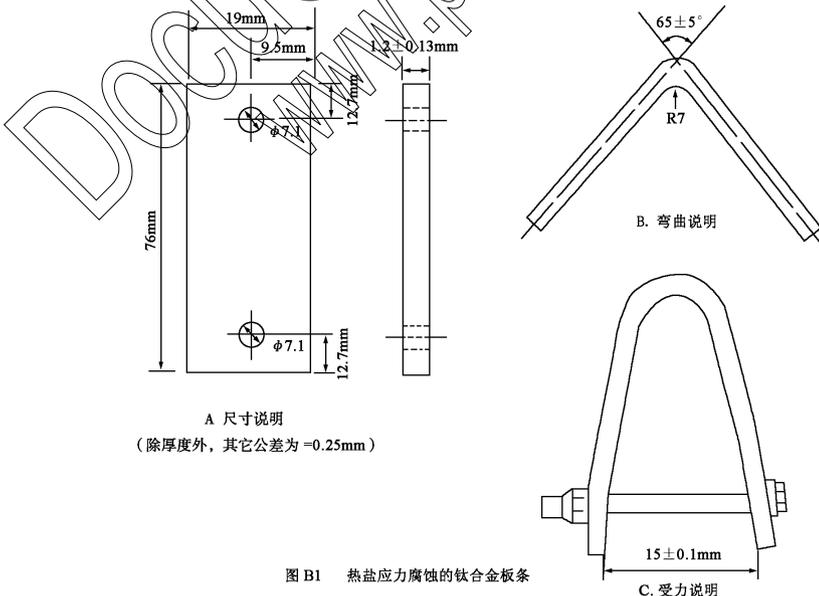


图 B1 热盐应力腐蚀的钛合金板条

B1.2.2 操作程序

对每种被检材料应使用 4 个试板。加应力前试板应用溶剂擦拭或锐脂,并在 40% (v/v) HNO_3 、3.5% (v/v) HF 的混合水溶液中轻度浸蚀。然后用直径 6mm 的螺栓按图 B1. C 给试板施加应力。一块试板用 3.5% (v/v) NaCl 溶液浸涂,一块试板不涂,剩下的两块用被检材料浸涂,涂时应将加应力的试板以开口端向上浸在溶液中。让加应力的试板流滴 12h 或直至干燥,然后将加应力的试板放在烘箱内并在 $538 \pm 4^\circ\text{C}$ 的温度下持续 4.5h。

B1.2.3 结果解释

- a. 在加应力的情况下观察试板是否有明显的裂纹。
- b. 当用 3.5% NaCl 溶液浸涂的试板没有显示明显的裂纹时,取下螺栓,在 $138 \pm 4^\circ\text{C}$ 温度下在 50% (v/v) NaOH 的水溶液中浸泡 30min,随后冲洗涂层表面。在 40% (v/v) HNO_3 、5% (v/v) HF 的水溶液中腐蚀试板 3~1min。用 10 倍放大镜观察腐蚀面。
- c. 对仍在夹具中的试板的看得见部分进行观察,如果没有观察到裂纹,则应以类似(b)的方法清洗、腐蚀和检查,看是否符合要求。
- d. 如果 NaCl 溶液浸涂的试板没有起凹坑或裂纹,或如果没有浸涂的试板有凹坑或裂纹,则试验是无效的,须重做。

B1.3 高温腐蚀

用于本试验的试板应是由 IN713C 切成的约为 $12\text{mm} \times 12\text{mm}$ 的正方形,厚度为 2.50mm 或更厚一些。用于试验的试板表面应用 600 粒度的砂纸打磨以得到光滑均匀的无洁面。两块试板应浸或涂被检材料,另外两块则不浸涂。将试板放入烘箱,在 $1010 \pm 28^\circ\text{C}$ 的条件下保温 $(100 \pm 5)\text{s}$ 。从烘箱中取出试板并将其冷却至室温。截取、镶嵌和抛光每一试板断面,用 200 倍的显微镜观察断面的晶间腐蚀和氧化迹象,并把有涂层和没有涂层的试板进行比较。

B2 闪点测定

所有液体材料的闪点应按 GB261 的规定进行测定。

B3 粘度测定

渗透剂和乳化剂的粘度应在 $38 \pm 3^\circ\text{C}$ 时按照 GB265 的规定进行测定。

B4 表面润湿试验

用脱脂棉球蘸渗透剂擦到清洁发光的铝箔表面,最少的渗透剂用棉球涂开,10 mm 后观察是否符合要求。

B5 渗透剂的可去除性

B5.1 试板及预处理

试板应是尺寸为 $40\text{mm} \times 50\text{mm} \times 2\text{mm}$ 并已退火的 1Cr18N19 不锈钢板。试板应经除油,然后用 100 目的 Al_2O_3 细粒使用表压为 $40 \times 40^4 \text{ Pa}$ 的气压在两面吹砂。喷枪应垂直试板表面,相距约 450mm。吹砂后,试板表面必须没有划伤或其它缺陷,并只能用手拿其边缘使用前试板应包在薄棉纸内,使用后,试板应放在溶剂里进行超声清洗或按上述方法重新进行处理。

B5.2 水洗型渗透剂的可去除性

将试板浸入被试渗透剂中,然后让试板以大约 6° 的角度滴落 10min。在滴落时间结束后,将试板放入冲洗设备内冲洗 20s。冲洗设备应装有两个喷咀,喷洗水的表压应为 $20 \times 10^4 \text{ Pa}$,水温应为 $21 \pm 3^\circ\text{C}$ 。再在 $66 \pm 3^\circ\text{C}$ 的干燥箱内干燥 90s。与用相同灵敏度的标准渗透剂按同样方法处理的试板在合适的光线下进行对比,看是否符合要求。再次试验,用 $38 \pm 3^\circ\text{C}$ 的水冲洗。

B5.3 溶剂去除型渗透剂的可去除性

将渗透剂涂到试板上,并让其在约 60° 的角度下滴落 10min。用清洁的不起毛的抹布或擦手纸巾擦去多

余的渗透剂。将一吸湿纸巾平铺在平整的水平面上并用试验去除剂将纸巾浸湿,但不是湿透的。将试板放在纸巾上并用纸巾擦拭。然后与用合适的标准渗透剂和去除剂处理的试板相比较。

B5.4 后乳化型(亲油的)渗透剂的可除性

将试板浸入渗透液中,然后让其以大约 60° 的角度滴落 10min。再将试板浸入乳化剂中,然后也让其以大约 60° 的角度滴落 2min。清洗设备应配有两个喷嘴,用表压 $7 \times 10^4 \text{ Pa}$ 和温度为 $21 \pm 3^\circ \text{ C}$ 的水冲洗试板 60s。在 $66 \pm 3^\circ \text{ C}$ 的干燥箱内干燥 90s。与用相同灵敏度的标准渗透剂按同样方式处理的试板相比较。在合适的光线下,检查是否符合要求。再次试验时应使用 $38 \pm 3^\circ \text{ C}$ 的水清洗。

B5.5 后乳化型(亲水的)渗透剂的可去除性

将试板浸入渗透剂中,然后让其以大约 60° 的角度滴落 10min。用装有两个喷嘴的喷洗设备,以表压为 $20 \times 10^4 \text{ Pa}$,温度为 $21 \pm 3^\circ \text{ C}$ 的水清洗试板 15s。将试板浸入亲水性乳化剂中(按制造厂推荐的浓度)2min,在喷洗设备中洗 30s,在 $66 \pm 3^\circ \text{ C}$ 的干燥箱内干燥试板 90s。将试板与用相同灵敏度的标准渗透剂按同样方式处理的试板相比较。

B6 荧光亮度测定

荧光染料材料和着色一荧光染料材料的荧光亮度应使用电子滤波荧光计或等同的仪器进行。

B6.1 试样制备

在进行测定前应用适当的非荧光性的易挥发溶剂如亚甲氯化物(Methylene Chloride)将少量的标准试样和被测试的材料进行稀释,其比例应为 1 份试样对 24 份溶剂。上面两种渗透剂应分别稀释在相同的溶剂中。将溶液搅匀后各注入一个适当的广口容器内。然后,立即将裁成适合夹在荧光亮度计样品支架的滤纸浸入每一个溶液中,抽出滤纸夹在夹子上在空气中竖直干燥 15min,滤纸试样与夹子的接触区要尽量小。滤纸浸入溶液前应该至少干燥 24h。对于标准试样应准备 6 片滤纸试样;对于被测材料应准备 5 片滤纸试样。

B6.2 试验程序

B6.2.1 将标准试样中的一个作为主试样用以调节仪器,在黑光条件下比较标准试样和被测材料试样。每次一片,每一试样仅在一面测出读数并记录试验结果。五片标准试样与五片被测材料试样应交替测试,以补偿仪器读数的漂移。

B6.2.2 将所有的读数记录下来以后,取这些试样读数的平均值。以标准试样读数的平均值作为 100%与被测材料试样的平均值作比较以确定是否符合要求。

B7 渗透剂在紫外线下的稳定性(荧光染料材料和着色一荧光二重性材料)

紫外线下的稳定性试验应跟随在荧光亮度试验后进行,用同样的试样和仪器。

将 10 张滤纸浸入到制备好用于测试的渗透剂溶液中,取出干 5min 后,把挂有 5 张滤纸试样的夹子悬挂在无强光、强热和强空气流的地方。其余 5 张滤纸试样应暴露在稳定均匀的(在所有 5 张试样上) $800 \mu\text{w}/\text{cm}^2$ 的紫外光下 1h,曝光后,根据适用条件,按 B6.2 所规定的方法测试。

B8 热稳定性试验(荧光染料和着色一荧光二重性材料)

渗透剂的热稳定性试验应跟在荧光亮度试验后采用同样的试样和仪器进行。

将 10 张滤纸浸入到制备好用于测试的渗透剂溶液中,在滤纸试样取出干 5min 后,将挂有 5 个试样的夹子悬挂在具有防止强光、强热和强大空气流的地方。其它的 5 个滤纸试样放置于一干净的金属板上装入调到 $121 \pm 2^\circ \text{ C}$ 空气静止的烘箱内一小时。然后,按 B6.2 交替测试 5 个装箱和 5 个未装箱试样的荧光亮度。对于装箱的试样,其亮度应在与金属板未接触的一面来测定。将装箱试样的平均值与未装箱试样的平均值相比较。

B9 允许含水量试验

将 20ml 待测试材料倒入 50ml 的烧杯内,杯中放入一个直径为 7mm,长度为 25mm 的磁性搅棒,并将杯放在磁性搅拌器上。本试验应在 $21 \pm 3\text{C}$ 温度下进行。调整搅拌速度(大约为 60 转/分)使混合速度快而又不带气泡。用 A 级 10ml 滴液管放在搅拌器上的烧杯之上加入清水滴。当被测材料变得混浊或随着磁性搅棒放慢观察到变浓时则达到终点。这时,应关闭滴液管,并按下式计算允许含水量的百分数。

$$\text{允许含水量}(\%) = \frac{B}{20+B} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: B——从滴液管滴出水的体积量(ml)。

B10 温度稳定性试验

温度稳定性试验是将不少于 1 升的被检材料装在密封玻璃瓶内进行两次完整周期的温度变化。每一周期指的是将试样从室温冷却到 -18C ,然后加热到 $^{\circ}\text{C}$,接着再冷却至室温。让试样在每一温度极值上保持至少 8h。在温度循环完成后,让试样回到室温,然后用目视检查。

B11 槽液寿命(渗透剂和乳化剂)

取 50ml 被测材料装入直径 150mm 的耐热烧杯中放入对流烘箱内,在 $50 \pm 5\text{C}$ 的温度下保温 7h。到时间后取出试样并让其冷却到室温。目视检查试样的组分分离及表面浮渣情况。

B12 含水量试验

浓缩的亲水性乳化剂的含水量应按 GB260 进行测定。

B13 再悬浮试验

B13.1 非水湿显像剂

试验前材料应被搅拌到所有固体都处于悬浮状态。对于按钮式喷罐包装的产品,应先释放在容器中的压力,然后将显像剂全部倒入一合适的容器内搅拌。固体呈悬浮状态后让显像剂静置 24h,然后将其轻轻地摇动进行目视检查,看其是否符合要求。

B13.2 湿悬浮显像剂

湿显像剂应按照制造商的说明书行混合并比其静置 24h,然后轻轻地将其摇动并通过目视检查,看其是否符合要求。

B14 灵敏度

B14.1 低灵敏度渗透剂系列

B14.1 试板的制备

从厚度 8mm,LY12—T3 铝合金板上取 $75\text{mm} \times 50\text{mm}$ 的铝试板,75mm 这一尺寸应平行于铝板的轧制方向。试板应作非均匀加热然后水淬,以产生热裂纹。进行这一操作时,将试板支在架子上,将煤气喷灯或焊枪的火焰射到试板下侧中心且不在任何方向上移动。在试板上侧正中心直径约为 20mm 区域,用 510C 至 527C 的测温色笔涂敷。喷灯的热度应调节成板加热约 4 min 测温色笔所涂之处才熔化。此后,立即将试板在冷的自来水中淬火。如有要求的话,在试板的另一面重复进行上述操作。在试板两面的热影响区中心,横过 50mm 这一方向切一条约 $2\text{mm} \times 2\text{mm}$ 的槽,这样就形成了两个相似的区域而又避免了相互污染。试板使用前,应用毛刷和液体溶剂认真擦洗干净,然后用蒸汽除油。

BI 4.1.2 试验程序

将被检系列渗透剂施加勤以试板边和 2mm 槽所围住的半个表面上,将标准渗透剂施加到试板剩余的半个表面上,停留时间按表 B1 的规定。当需要时,可在试验前将试板放在 $60 \pm 30\text{C}$ 的烘箱内干燥。处理 3 块

这样的试板,通过将检渗透剂处理的试板产生的显示和用标准渗透剂处理的试板产生的显示相比较。

表 B1 低灵敏度渗透剂系列停留时间

	停留时间		
	渗透剂	乳化剂	显像剂
可水洗型	10min	不用	5min
后乳化型 (亲油的)	10min	荧光染料:2min 着色染料:30s	5min
溶剂去除型	10min	不用	5min

B14.2 中级、高级和超高级灵敏度渗透剂系列

B14.2.1 试板

试板尺寸为 25mm×152mm×6.40mm,其中一些是由 TC—4 合金制作的,其余则是由 GH169 合金制作。所有试板应都含有在试验室制出的低周疲劳裂纹。这种裂纹具有一定的长度范围和表面开口度。

B14.2.2 试验程度

首先将试板用相应的标准渗透剂按表 B2 工艺参数进行处理;并将显示的特性、征状和亮度(定性的)记录下来。

表 B2 试板的处理参数

工 序	处 理 参 数
施加渗透剂	沉浸沉和滴落 5min
清 洗	1min,水的表压为 20×10^4 Pa,水温为 21 ± 3 °C
乳 化	2min,水的表压为 20×10^4 Pa,水温为 21 ± 3 °C
干 燥	擦拭,然后在空气中干燥
施加显像剂	喷撒 1~2min,停留时间不超过 30min

b. 将试板再用清洗剂清洗并干燥,在 1,1,1-三氯乙烷中进行超声清洗至少 10min,接着用甲醇或丙酮清洗,然后放在 67 ± 3 °C 的烘箱内干燥约 10min。

c. 将试板冷却至室温后施加被检渗透剂(用标准显像剂),并根据要求,将以上提到的试验参数改为用表 B3 的参数进行处理,做两次。

表 B3 中级、高级和超高级灵敏度渗透剂试验参数

方法	可水洗型	后乳化型 (亲油的)	溶剂去除型	后乳化型 (亲水的)
施加渗透剂	沉浸和滴落 5min			
清 洗	—	—	—	1)
乳 化	—	2min	—	1) 2)
清 洗	5min 表压 20×10^4 Pa 水温 21 °C	3)	—	1)
溶剂擦拭	—	—	3)	—
干 燥	(所有方法)轻微的气流吹 30min 21 ± 3 °C(第一次) 66 ± 3 °C(第二次)			
显剂停 留时间	15min			

注:1)与表 B2 处理方法相同

2)按制造厂推荐的浓度

3)根据要求

然后用被检的渗透剂获得的结果与对应的标准渗透剂相比较,判定是否符合要求。

B14.3 显像剂的灵敏度试验

指定与荧光染料渗透剂一起使用的显像剂应该用标准的渗透剂和乳化剂以 B14.2 中后乳化型(亲水的)工艺参数处理 B14.2 的试板来测定其灵敏度。水溶性型的和水悬浮型的显像剂按制造厂的说明书混合到推荐使用的最大浓度,将 B14.2.1 的试板浸入,然后将这些试板在 $21\pm 3^{\circ}\text{C}$ 的空气中干燥 30min。对于非水溶性显像剂,应按制造厂的说明施加,然后将显像剂与对应的标准显像剂相比较,判定是否符合要求。

B15 湿显像剂的沉淀性(沉降速率)

湿显像剂在正常应用时必须保持良好的悬浮状态。为测定其在使用限度内的沉降速率,规定了非水湿显像剂与湿式显像剂的测定方法和要求。

B15.1 非水湿显像剂

将显像剂搅拌到所有的固体粉末呈悬浮状态为止,然后将 25ml 悬浮液注入 25ml 量筒中,静置 15min 后检查悬浮液的分层情况。此时,在全部混合液的表面以下,沉淀物不应超过 2.0ml。

B15.2 湿显像剂

湿显像剂应按制造厂的说明书进行混合,并放置 4h。然后将 25ml 液体注入 25ml 量筒中,静置 15 min 后,目视检查液体中产生的沉淀。沉淀物不应超过 12.5ml。

B16 干显像剂的密度(松散性)

将一个清洁、干燥、刻度为 500ml 的量筒准确地从 500ml 标记处切齐,然后称量量筒的质量,精确至 0.5g,将量筒倾斜 300 角,使粉末沿筒壁轻轻滑入量筒内,使其充满溢出。每添加一次,恢复量筒到垂直位置一下,使无空气穴形成。严禁摇动或敲击量筒。用直尺刮去多余显像剂粉。在筒口捆扎一张纸。让量筒从 25mm 高处反复地自由落到一个厚度为 10mm,硬度为 62 的橡胶板上,使显像粉往下墩实。在三角架上固定一个圆环,以保证有一个准确的下落高度,即当将量筒插入到环内以及将其提高到最高垂直行程时,量筒底部距橡胶板的距离应恰好为 25mm。每落下一次后,将量筒转 90° 。每落下 5 次后,读一次显像粉所占有的体积,一直重复到体积保持不变时为止。最后除去纸,称取量筒和盛显像剂的重量。将净重除以 500 就得散装密度,净重除以装实后所得的体积就得压实密度。

B17 干显像剂的污染

把 B5.1 规定的钢试板的半部浸入蒸馏水中,快速地摆动数次并置于干粉显像剂中,取出试板,于室温下干燥,然后在 $1500\mu\text{w}/\text{cm}$ 的黑光灯下检查。

B18 显像剂的可去除性试验

试板尺寸应为 $40\text{mm}\times 50\text{mm}$,从具有轧制面的 1Cr18Ni9 不锈钢板上切取。使用前试板应用亚甲氯化物(Methylene Chloride)冲洗并使其干燥。

B18.1 干显像剂

将被检显像剂和标准显像剂分别喷撒在两块试板上,并让其静置 5min,用水压为 $20\times 10^4\text{Pa}$ 的清水喷洗 1 min,用空气干燥试板并在斜照的白光或自然光下观察。

B18.2 水湿和非水湿显像剂

按照制造厂提供的说明配制出合适的悬浮液并将其涂敷在试板的整个表面上,将标准显像剂涂敷到另一试板上,试板倾斜 45° 角放在 $150\pm 3^{\circ}\text{C}$ 温度的环流烘箱内干燥 90s。然后将试板用水压为 $20\times 10^4\text{Pa}$ 的清水喷洗 1 min。将试板置于空气中干燥,在斜照的白光或自然光下观察。