

无损检测 渗透检测用材料

1 范围

本标准规定了渗透检测用材料(或渗透材料)的分类、技术要求和检验方法。

本标准适用于渗透材料的型式检验和批量检验。本标准也可作为用户订货的验收依据。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 12604.3 无损检测术语 渗透检测

GB/T 18851.3 无损检测 渗透检测 第3部分:参考试块(GB/T 18851.3—2002,ISO 3452—3:1998,MOD)①

JB/9218 渗透探伤方法(JB/T 9218—1999,eqv JIS Z 2343—1992)

3 术语和定义

GB/T 12604.3 中确立的术语和定义适用于本标准。

4 安全提示

本标准所涉及的渗透材料所需的化学制品,可能是有害的、易燃的和(或)挥发性的,因此均应注意预防,并应遵循国家、地方颁布的所有有关安全卫生、环保法的规定。

5 分类

5.1 渗透材料的产品种类

表1给出了渗透材料的产品种类。

表1 渗透材料的产品种类

渗透剂		去除剂		显像剂	
型号	种类	方法	种类	方式	种类
I	荧光渗透剂	A	水	a	干粉
II	着色渗透剂	B	亲油性乳化剂	b	水溶剂
			1. 油基型乳化剂	c	水悬浮
			2. 流动水冲洗	d	溶剂型(非水湿式)

① 该国家标准最初发布时的标准编号和名称为 GB/T 18851—2002《无损检测 渗透检验 标准试块》。经第1号修改单修改后,标准编号和名称改为现名,试块名称分别改为1型参考试块和2型参考试块,试块的规格不变。

渗透剂		去除剂		显像剂	
型号	种类	方法	种类	方式	种类
Ⅲ	两用(荧光着色)渗透剂	C	溶剂(液体)	e	特殊应用的水或溶剂型(例如:可剥离显像剂)
		D	亲水性乳化剂		
			1. 任意预冲洗(水)		
			2. 乳化剂(水稀释)		
		E	3. 最终冲洗(水)		
			水和溶剂		

5.2 渗透材料的灵敏度等级

5.2.1 荧光产品族

- 1 级灵敏度(普通灵敏度);
- 2 级灵敏度(高灵敏度);
- 3 级灵敏度(特殊用途的超高灵敏度)。

5.2.2 着色产品族

- 1 级灵敏度(普通灵敏度);
- 2 级灵敏度(高灵敏度)。

5.2.3 两用产品族

两用渗透剂未规定灵敏度等级,可按着色产品族进行分类。

6 检验规则

6.1 组批规则

每批由一次投产的具有相同性能和全部用特定标志符号标记的渗透材料产品的数量组成。

6.2 检验分类

6.2.1 型式检验

下列之一情况时,宜进行型式检验:

- a) 新生产、转产或停产后复产时;
- b) 材料或工艺改变时;
- c) 合同规定时;
- d) 上次型式检验已超过六个月时。

渗透材料的型式检验应按 JB/T 9218 进行,以确保符合本标准的要求。该检验应由独立实验室进行^②。独立实验室应出具一份执行本标准的检验报告。

6.2.2 批量检验(或出厂检验)

本标准要求的批量检验,应对每批产品按 JB/T 9218 进行,以确保产品的适用性与相应的经型式检验认可的试样具有相同的性能。

气雾罐内装的渗透材料,其硫和卤的含量应按 7.12 作附加测定。

渗透材料的制造商应出具一份执行本标准的检验证书。

6.3 检验项目

6.3.1 渗透剂 渗透剂的性能应按表 2 的检验方法进行型式和(或)批量检验。

6.3.2 去除剂(A 方法除外) 去除剂的性能应按表 3 的检验方法进行型式和(或)批量检验。

^② 独立实验室是经过认证或是受有关主管部门委托的专业机构,并且了解和熟悉渗透检测过程。合格的独立实验室名录可以从全国无损检测标准化技术委员会秘书处获得。

6.3.3 显像剂 显像剂的性能应按表 4 的检验方法进行型式和(或)批量检验。

6.3.4 气雾罐批量检验

批量检验应进行如下检验：

——产品性能,见 7.18。

——每批的第一个气雾罐应进行检验(检验方法参见 GB/T 14449)。

表 2 渗透剂的检验

序号	检验项目	检验分类	检验方法和技术要求依据章条
1	外观	批量	7.1
2	灵敏度	型式和批量	7.2
3	密度	型式和批量	7.3
4	粘度	型式和批量	7.4
5	闪点	型式和批量	7.5
6	渗透剂的可水洗性(仅对 A 方法渗透剂)	批量	7.6
7	荧光亮度(I 型渗透剂)	批量	7.7
8	UV 稳定性(I 型渗透剂)	型式	7.8
9	热稳定性(I 型渗透剂)	型式	7.9
10	容水率(仅对 A 方法渗透剂)	型式	7.10
11	腐蚀性	型式和批量	7.11
12	硫和卤的含量 ^a	型式和批量	7.12
13	其他相关污染物(有特别要求的)	批量	

^a 仅对要求标明“低硫和卤”的产品”

表 3 去除剂的检验

序号	检验项目	检验分类	检验方法和技术要求依据章条
1	外观	批量	7.1
2	灵敏度	型式和批量	7.2
3	密度	型式和批量	7.3
4	粘度(仅对 B 和 D 方法)	型式和批量	7.4
5	闪点	型式和批量	7.5
6	容水率(仅对 B 方法)	型式和批量	7.10
7	腐蚀性	型式和批量	7.11
8	硫和卤的含量 ^a	型式和批量	7.12
9	蒸发的残余物(仅对 C 和 E 方法)	型式和批量	7.13
10	容渗透剂率(仅对 B 和 D 方法)	型式	7.14
11	其他相关污染物(有特别要求的)	批量	

^a 仅对要求标明“低硫和卤”的产品”

表 4 显像剂的检验

序号	检验项目	检验分类	检验方法和技术要求依据章条
1	外观	批量	7.1
2	闪点(仅对 d 方式)	型式和批量	7.5
3	腐蚀性(a 方式除外)	型式和批量	7.11
4	硫和卤的含量 ^a	型式和批量	7.12
5	固体含量(仅对 d 方式)	型式和批量	7.13

序号	检验项目	检验分类	检验方法和技术要求依据章条
6	显像剂性能(e方式除外)	型式和批量	7.15
7	再分散性(仅对c和d方式)	型式和批量	7.16
8	(载液的)密度(仅对d方式)	型式和批量	7.17
9	其他相关污染物(有特别要求的)	批量	

^a 仅对要求标明“硫和卤”的产品

7 检验方法和技术要求

7.1 外观 被检试样的外观应与型式检验试样的外观相同。

7.2 渗透剂系统灵敏度

7.2.1 荧光渗透剂

7.2.1.1 试块

所用试块是 GB/T 18851.3 中的 1 型参考试块中的 $10\mu\text{m}$ 、 $20\mu\text{m}$ 和 $30\mu\text{m}$ 试块。这些试块应专用于 1 型渗透剂。

7.2.1.2 设备

显示的可见度测量设备规定为电子类的。可见度测量设备由如下要素构成：

- 显微镜；
- 试块夹具和移动台；
- 记录系统；
- 适当的照明源；
- 仪器校准试块。

7.2.1.3 校准

可见度测量设备应使用校准试块进行校准。此试块由一块大约为 $33\text{mm} \times 95\text{mm}$ 的磨光金属板制成，上面分布有平行于宽度方向的横槽。

槽的长度应大于 20mm ，槽的宽度应为 $0.15\text{mm} \pm 0.015\text{mm}$ ，深度应大于 1mm 。这些槽内需充满适宜的粉末。该试块用于校准可见度测量设备，当槽内的粉末按 7.2.1.4 填入至 100% 时，曲线记录仪应显示峰值高度。

7.2.1.4 方法

每块试块上的不连续个数应使用 20 倍放大率的显微镜来计数。

因光电倍增管对温度、光线和磁场的变化反应灵敏，故它们应按要求予以防护。使用前，让设备先稳定一下。

设备应使用标准荧光试样，调节至大约 50% 满刻度偏转。应使用 1 型参考试块中一块未用过的试块，将零位调节至读零。

1 型参考试块中的 $30\mu\text{m}$ 块，应按渗透剂制造商的推荐进行操作，使用 d 式显像剂和 10min 显像时间。显示的亮度用不连续强度测量设备来测定。

如果要改变曲线记录仪上用标准试样以及对试块进行扫视所设定的灵敏度范围，零和满刻度偏转的定位应保持不变。同时，标准峰值高度和试样峰值高度应考虑与不同灵敏度曲线记录仪的结果作比较。

7.2.1.5 结果解释

可见度测量设备按 7.2.1.3 设定(即图 1 “A”)基线取 0%(即图 1 “B”)。除了那些受影响的个别峰值，其余的成群峰值(即图 1 “C”)均记录其平均值。

测定平均峰值高度(\bar{X})和峰值高度标准偏差(σ_{n-1})，然后参照图 2，对比得到灵敏度等级。

7.2.2 着色渗透剂

7.2.2.1 试块

1型参考试块中的 $30\mu\text{m}$ 和 $50\mu\text{m}$ 试块。该试块应专用于II型渗透剂。

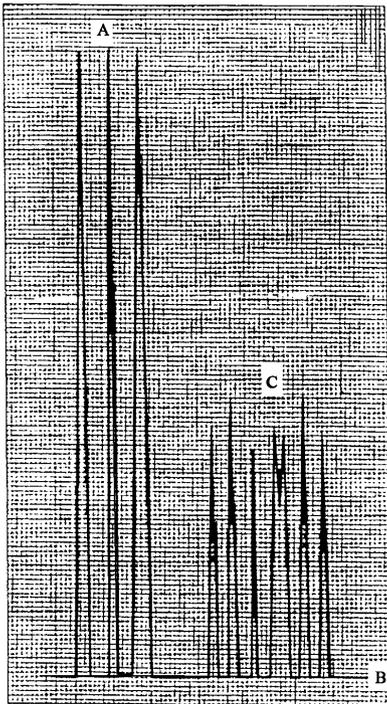
7.2.2.2 使用方法

试块应按渗透剂制造商的推荐进行操作,使用d式显像剂和10min显像时间。

7.2.2.3 结果解释

用肉眼(包括戴眼镜)清晰可见的、分布于不小于试块宽度80%的不间断显示的数目应予统计,并与同一试块已知的所得数目进行比较(所得数目是指试块在完全彻底清洗后第一次按制造商的推荐用3级荧光渗透剂和按JB/T 9218进行检测所检出的数目)。

7.2.2.4 要求



示例

\bar{x} = 标准校准水平的41.8%;

$\sigma_{n-1} = \bar{x}$ 的8.54%。

图1 显示可见度测量设备记录曲线示例

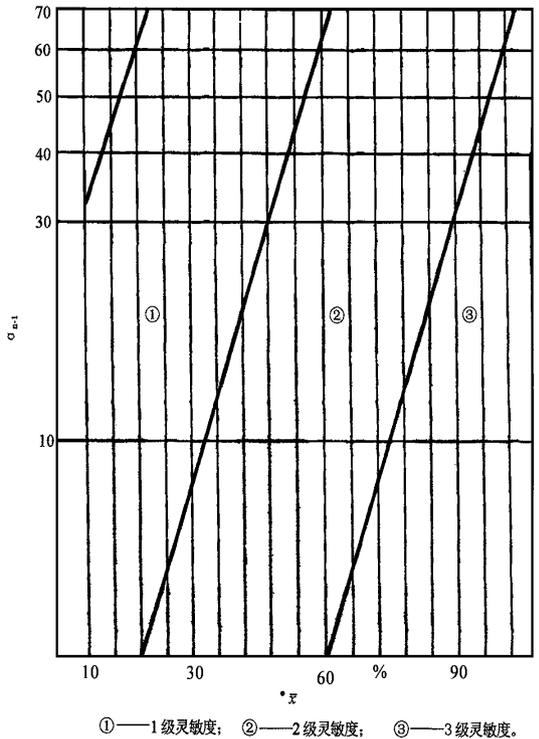


图2 灵敏度等级判断准则

应参照表5来确定灵敏度等级。

表5 着色渗透剂灵敏度等级的确定

灵敏度等级	检出的不连续%	
	$30\mu\text{m}$	$50\mu\text{m}$
1	—	>90
2	75	100

7.3 密度

7.3.1 检验方法 密度应采用准确度高于 $\pm 1\%$ 的方法在 20°C 时测定。

7.3.2 要求 型式检验的结果应出具报告(标称值)。批量检验的结果允许与标称值偏差 $\pm 5\%$ 。

7.4 粘度

7.4.1 检验方法 粘度应采用准确度高于 $\pm 1\%$ 的适当方法测定。应记录型式检验时的温度。

7.4.2 要求 型式检验的结果应出具报告(标称值)。批量检验的结果允许与标称值偏差 $\pm 10\%$ 。

7.5 闪点

7.5.1 检验方法

闪点应采用适于具体情况的方法测定,即渗透材料闪点小于 100°C 时,准确度优于 $\pm 2^{\circ}\text{C}$;渗透材料闪点大于或等于 100°C 时,准确度优于 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

注意,被检渗透材料的闪点若低于 25°C ,易形成危险。

只有当闪点在 20°C 至 110°C 范围时,批量检验才需测定闪点。闪点应采用适当的方法测定。

7.5.2 要求 型式检验的结果应出具报告(标称值)。批量检验的闪点不应低于标称值的 5°C 。

7.6 可水洗性(A方法渗透剂)

用 $20^{\circ}\text{C}\pm 5.0^{\circ}\text{C}$ 的温水喷射去除后,残留在2型参考试块上 $R_a=5\mu\text{m}$ 和 $S_a=10\mu\text{m}$ 表面粗糙度区域上的剩余渗透剂,不应比在相同条件下清洗同一渗透剂型式检验试样时多。荧光渗透剂的可水洗性检验,应在大于 $3\text{W}/\text{m}^2$ 的UV-A辐射下进行。

7.7 荧光亮度

7.7.1 检验方法 荧光亮度应使用作为标准渗透剂的型式检验试样按附录A测定。

7.7.2 要求 荧光亮度不应小于型式检验试样的 90% 。

7.8 UV稳定性

7.8.1 检验方法

按A.2的方法用被检渗透剂制备10张过滤纸试样。其中5张防止其受热、光和气流,另外5张则在防热和气流的同时,在 $10\text{W}/\text{m}^2\pm 1\text{W}/\text{m}^2$ 的UV-A(365mm)下照射1h。然后按A.3的方法测定每张试样的荧光亮度。

7.8.2 要求 经UV-A照射的试样,其平均荧光亮度应大于未照射试样的 80% 。

7.9 荧光亮度的热稳定性

7.9.1 检验方法

按A.2的方法用被检渗透剂制备10张过滤纸试样。其中5张防止其受热、光和气流,另外5张放置于空气不流通的烘箱内的干净金属板上,并在 $115^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 下烘1h。然后按A.3的方法测定每张试样的荧光亮度。

7.9.2 要求 经加热的试样,其平均荧光亮度应大于未加热试样的 80% 。

7.10 容水率

7.10.1 检验方法

容水率应在精确计量的被检渗透材料(典型的量为20mL)中,逐步添加水并不断搅拌直至被检渗透材料变浑浊、粘稠和分离之时测定。容水率的测定应在 $15^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 时进行。

容水率是指最终总容量(水和被检渗透材料在浑浊和粘稠出现之时)中添加水的百分率。

7.10.2 要求 容水率应大于 5% 。

7.11 腐蚀性

渗透材料和被检材料间的相容性,应通过以下方法确认。

7.11.1 型式检验

7.11.1.1 与金属的相容性

7.11.1.1.1 检验方法

试图用于金属工件的渗透材料,应在磨光的 LC4 铝合金或等效材料、MB-2 镁合金或等效材料、30CrMo 钢或等效材料上进行检验。这些材料的每一试块表面,先用金刚砂纸(240 粗砂)磨光,再用易挥发的、不含硫的碳氢化合物溶剂(例如分析级丙酮)洗净,然后立即优先使用。

检验时,试块放置在一个足够大的玻璃烧杯中,将一半长度浸入渗透材料中,并封装在巴氏(Parr)量热器(或等同于经得起 700kPa 内部压力的容器)里,如图 3 所示。

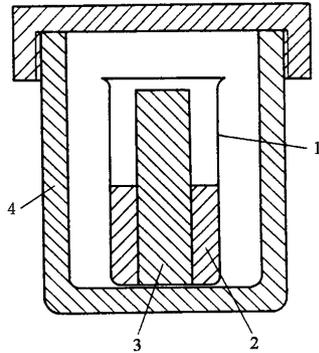


图 3 巴氏(Parr)量热器

1——烧杯;2——渗透材料;3——试块;4——量热器。

将已密封的量热器放在一个烘箱中,或用热水浴,在 $50^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 下保持 $2\text{h} \pm 5\text{min}$ 。恒温时间结束后,将试块放在蒸馏水或适宜的有机溶剂下粗略地进行去除和冲洗,以去除所有剩余的渗透材料,然后对试块进行检验。

7.11.1.1.2 要求 以 10 倍放大率进行检验,试块上应没有玷污、蚀坑或其他腐蚀的迹象。

7.11.1.2 与其他材料的相容性

7.11.1.2.1 检验方法

当用其他材料试块取代金属试块后,7.11.1.1.1 所述步骤亦可适用于渗透材料试图用于的此种材料。

7.11.1.2.2 要求 检验试块,材料应没有老化的迹象。

7.11.2 批量检验

7.11.2.1 与金属的相容性

7.11.2.1.1 检验方法

试图用于金属工件的渗透材料,该材料的试块应按 7.11.1.1.1 的规定并按该条所述进行制备。这些试块的一半长度应浸入装有渗透材料的玻璃烧杯。试块在室温下保持 24h,然后应按 7.11.1.1.1 进行清洗和检验。

7.11.2.1.2 要求 试块上应没有玷污、蚀坑或其他腐蚀的迹象。

7.11.2.2 与其他材料的相容性

7.11.2.2.1 检验方法

当用其他材料试块取代金属试块后,7.11.1.1.1 所述步骤亦可适用于渗透材料试图用于的此种材料。

7.11.2.2.2 要求 检验试块,材料应没有老化的迹象。

7.12 硫和卤的含量(标明低硫和卤的产品)

7.12.1 检验方法

硫和卤化物的含量应采用适于具体情况的方法测定,即当硫、卤小于 200×10^{-6} 时,测量准确度在液体中为 $\pm 10 \times 10^{-6}$,在固体中则为 $\pm 50 \times 10^{-6}$ 。

在产品为气雾罐包装的情况下,取样时先废弃前 5S 内加压喷出的产品,紧接着将产品喷入 100mL 烧杯中,然后立即倒入铂盘中。此项操作从开始取样到关闭巴氏(Parr)量热器不应超过 2min。

7.12.2 要求

硫的总含量应少于 200×10^{-6} 。未蒸发的卤素总含量(氯化物和氟化物)应少于 200×10^{-6} 。

7.13 蒸发的残余物/固体含量

7.13.1 溶剂去除剂

应将盛有最初容量为 100mL \pm 1mL 试样的 15cm \pm 1cm 的 Petri 盘,放在高于产品最终沸点 $15^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 下水浴或烘箱中蒸发 1h。随后应立刻测定残余物的质量。

7.3.1.1 要求 残余物的质量应小于 5mg。

7.13.2 d 式显像剂

应将盛有最初质量为 100g \pm 1g 试样的 15cm \pm 1 cm 的 Petri 盘,放在高于产品最终沸点 $15^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 下水浴或烘箱中蒸发 1h。随后应立刻测定残余物的质量,并记录其相对于最初质量的百分率。

7.13.2.1 要求 型式检验的结果应出具报告(标称值)。批量检验允许与标称值偏差 $\pm 10\%$ 。

7.14 容渗透剂率

7.14.1 亲油性乳化剂(B方法)

当渗透剂和乳化剂是按制造商的推荐进行使用的前提下,使用加入了 20%(v/v)渗透剂的乳化剂,不应导致背景噪声增加。

7.14.2 亲水性乳化剂(D方法)

当渗透剂和乳化剂是按制造商的推荐进行使用的前提下,在浓缩乳化剂合格的情况下,使用经确认是加入了 1%(v/v)渗透剂的去除剂,不应导致背景噪声增加。

7.15 显像剂性能

按制造商的推荐进行施加时,显像剂应形成细微、平滑、无反射和无荧光的覆盖层。

与适宜的渗透剂一起使用时,显像剂应能增加渗透剂显示的可见度。

7.16 再分散性

7.16.1 水悬浮显像剂

当搅拌或摇动时,固体应易于悬浮。

7.16.2 溶剂型显像剂(非水)

当搅拌或摇动时,固体应易于分散。在猛力摇动了 30S 之后,气雾罐中的固体应呈悬浮状。

7.17 载液的密度

7.17.1 检验方法 载液的密度应采用准确度高于 $\pm 1\%$ 的方法测定。

7.17.2 要求 型式检验的结果应出具报告(标称值)。批量检验允许与标称值偏差 $\pm 5\%$ 。

7.18 产品性能(气雾罐)

当按制造商的推荐进行使用时,从气雾罐中喷出的产品应满足该批产品的合格要求和 7.12 的要求。

8 标志和标签

8.1 渗透材料的标志或标签应至少包含:

- a) 制造商名称、商标或识别标志、详细地址;
- b) 产品名称、型号和规格、产品标准编号、产地;

- c) 产品类别、灵敏度等级、闪点(型式检验)、安全提示或警示;
- d) 硫和卤的含量(仅对标明“低硫和卤”的产品适用);
- e) 可追溯的产品编号。

8.2 标志或标签应出现在包装上。

9 包装、运输和贮存

- 9.1 产品包装应满足第4章的要求。采用气雾罐包装的还应符合相应的安全要求和规定。
- 9.2 制造商应在包装上说明运输和贮存的要求。
- 9.3 产品交付时的随行文件应包含:
 - a) 产品合格证;
 - b) 产品使用说明书,并包含:
 - 1) 操作步骤;
 - 2) 显像剂浓度与密度关系图(仅对非气雾罐包装的b和c式显像剂适用)。
 - c) 型式检验报告(合同规定时);
 - d) 出厂检验证书(合同规定时)。

附录 A

(规范性附录)

荧光亮度的比较

A.1 设备

A.1.1 荧光仪

所用的荧光仪应具备以下特性:

- 激发波长: $365\text{nm} \pm 20\text{nm}$;
- 发射光谱: $550\text{nm} \pm 25\text{nm}$ 。

荧光仪应装有可夹过滤纸试样(见A.2)的夹具和内置一不透光的试样分隔空间。

A.1.2 玻璃器皿

可用于精确配置1.0%溶液的吸管和量筒(测容量的烧瓶)。

50mL 烧杯。

A.1.3 过滤纸

适于吸湿、无荧光的过滤纸,并裁切成 $2\text{cm} \times 2\text{cm}$ 或与荧光仪的要求相适配。这些纸应放在干燥柜中保持干燥直到使用为止。

用“鳄鱼嘴”样或类似的夹具夹住纸试样的边或角,使其在干燥过程中呈垂直状。

干燥柜中亦如上所述,适当夹住过滤纸。

A.1.4 干燥剂

A.1.3 所述的干燥柜中应使用适宜的干燥剂,如硅胶。

A.1.5 溶剂

快干、可100%挥发、无荧光和非水的,且能与被检渗透剂充分混合的溶剂。

A.2 过滤纸试样的制备

- A. 2.1 在适宜的溶剂中,分别精确地加入 1.0%v/v 被检和标准渗透剂(见 7.7.1)的溶液。
- A. 2.2 将每种溶液分别倒入各自的玻璃烧杯,然后各浸入五张过滤纸试样于溶液中浸润 5s。
- A. 2.3 用“鳄鱼嘴”样或类似的夹具将每张试样垂直悬挂在干燥柜中干燥(约 5 min)

A.3 荧光亮度的测定

待荧光仪稳定后,调节仪器至零位,接着将过滤纸试样一张一张地夹在试样夹具上。关上不透光的封盖,测定荧光仪中被照试样的发光强度。

A.4 计算

- A. 4.1 计算五个标准试样的平均读数(S)。
- A. 4.2 计算五个被检试样的平均读数(T)。
- A. 4.3 被检试样的荧光亮度 = $T/S \times 100\%$ 。

参考文献

- [1] GB 190 危险货物包装标志
- [2] GB/T 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2000, eqv ISO 780: 1997)
- [3] GB/T 261 石油产品闪点测定法(闭口杯法)(GB/T 261—1983, neq ISO 2719: 1973)
- [4] GB/T 265 石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法
- [5] GB/T 1884 原油和液体石油产品密度实验室测定法(密度计法)(GB/T 1884—2000, eqv ISO 3675:1998)
- [6] GB/T 2540 石油产品密度测定法(比重瓶法)
- [7] GB/T 6388 运输包装收发货标志
- [8] GB 9969.1 工业产品使用说明书 总则
- [9] GB 13042 包装容器 气雾罐
- [10] GB/T 14436 工业产品保证文件 总则
- [11] GB/T 14449 气雾剂产品测试方法
- [12] ISO 3452:1984 Non-destructive testing—Penetrant inspection—General principles^③