

ASTM E165-2012

通用工业液体渗透检验的标准操作方法

Standard Practice for Liquid Penetrant Examination for
General Industry

通用工业液体渗透检验的标准操作方法¹

本标准在固定代号 E165 下发行，紧随此代号之后的号码表示原正式通过的年份，在修订版的情况下，表示最新修订的年份。括号中的数字表示最新复审的年份。上标ε表示自上次修订或复审以来的编辑变更。

1 适用范围

1.1 本操作方法²涉及材料的液体渗透检验规程。液体渗透检验是探测表面开口不连续性的无损检测方法，可以用作工艺过程中、最终成品或维修中的检验。采用这一方法，可以显示出表面开口的不连续性，如裂缝、发纹、褶皱、冷隔、收缩、分层、贯穿漏孔或未熔透等。这一类方法，可有效地应用于检验非多孔性的金属材料，如铁基和非铁基金属，非金属材料如涂釉陶瓷或完全致密陶瓷，以及非多孔性的塑料和玻璃。

1.2 本方法也可作为下述方面提供参考依据：

1.2.1 当某些机构推荐或要求采用液体渗透检验时，可用于确定其适用性和完备性。

1.2.2 用于制定对零件和材料进行液体渗透检验的工艺说明书和规程。特别推荐订购单位和制造厂在协议中规定要求进行渗透检验。应协商同意某些特定的工艺技术。这种操作方法可全面用于有资质的工程机构及供应商之间的协议中，或用于有资质的工程机构特定的指导书中。

1.2.3 用于组建有关液体渗透检验的设施和人员。

1.3 本试验方法并不表明或提出用于评定渗透试验所得到的痕迹的标准。但是应当指出，在已发现痕迹之后，必须对这些痕迹作出说明、分类和评定。为此还必须有一份单独的规范或标准或专门的协议，以便明确规定出所显示痕迹的类型、大小、部位和方向，并指出哪些是可以允许的，哪些是不能允许的。

1.4 单位以英制或 SI 单位表示的数值均可作为标准值。由于各单位制所表示的数值不能与另一种单位制进行精确换算，因此，每一种单位制必须独立使用。两种单位制的数值混合使用可能导致和标准不一致的结果。

¹ 本操作方法受ASTM的E07《无损检测》委员会的权限管辖，并由E07.03《液体渗透和磁粉法》分委员会直接负责。

现行版于2012年6月15日批准，2012年7月出版。原版本在1960年获得批准。前一个最新版是2009年批准的E165-09。DOI:10.1520/E0165-12.

² 对ASME锅炉和压力容器规范应用见此规范相关推荐测试方法SE-165。

1.5 本标准的宗旨不在于讨论与其使用可能有关的安全问题。本标准使用者在使用前有责任制定相应的有关安全防护与保健的实施方法，并确定有关应用范围的管理条例。

2 引用标准

2.1 ASTM标准³

- D129 石油产品中含硫量的测试方法（一般密封弹法）
- D516 水中亚硫酸离子的试验方法
- D808 新的和使用过的石油产品含氯量的试验方法（密封弹法）
- D1193 试剂用水的技术条件
- D1552 石油产品含硫量的试验方法（高温法）
- D4327 用离子层析抑制化学法分析水中离子的试验方法
- E433 液体渗透检验的参考照相
- E543 对无损检测机构评估的操作方法
- E1208 用亲脂性后乳化处理的荧光渗透检验试验方法
- E1209 用水洗处理的荧光渗透检验的试验方法
- E1210 用亲水性后乳化处理的荧光渗透检验试验方法
- E1219 用溶剂去除处理的荧光液体渗透检验的试验方法
- E1220 用溶剂去除处理的着色液体渗透检验的试验方法
- E1316 无损检测术语
- E1417 液体渗透检验的操作方法
- E1418 用水洗处理的着色渗透检验试验方法

2.2 ASNT文件⁴

- SNT-TC-1A 无损检测人员资格鉴定和认证的推荐作法
- ANSI/ASNT CP-189 无损检测人员资格鉴定和认证的标准

2.3 美国军用标准（MIL）

- MIL STD-410 无损检测人员资格鉴定和认证⁵

³ 对于ASTM的参考标准，可登陆ASTM网站，www.astm.org或联系service@astm.org的ASTM客户服务部。ASTM标准年鉴资料，参见ASTM网站的本标准的文件概要页。

⁴ 可从美国无损检测学会（ASNT）获是，P.O. Box 28518, 1711 Arlingate Ln., Columbus, OH 43228-0518, <http://www.asnt.org>.

⁵ 可从标准化文件订货处获得。DODSSP, Bldg. 4, Section D, 700 Robbins Ave., Philadelphia, PA 19111-5098, <http://www.dodssp.daps.mil>.

2.4 APHA 标准

429 水和废水的检验方法⁶

2.5 AIA 标准

NAS-410 无损检测人员资格鉴定和认证⁷

2.6 SAE标准⁸

AMS 2664 材料渗透检查

QPL-AMS-2644 材料渗透检查的鉴定产品

3 术语

3.1 本标准所采用的有关液体渗透检验的应使用 E1316 标准定义的术语。

4 检验方法概要

4.1 液体渗透剂可以是着色染料或荧光材料，把液体渗透剂均匀施加到检验表面上，随后渗入开口的不连续内。停留适当的时间后，去除多余的表面渗透剂。施加显像剂，把不连续中渗透剂回吸出来，并保留于显像剂。然后检查被检表面，以确定是否有显示的痕迹。

注 1：经合同双方一致同意，可省去显像剂。

注 2：除非工艺过程按 10.2 节证明合格，否则荧光渗透检验不能在着色渗透检验程序后面进行。因为着色染料可能导致降低或抑制荧光染料的作用。

4.2 工艺过程的各种参数，如表面预清洗、渗透停留时间、表面多余渗透剂的去除方法，则应由所采用的具体材料、被检查的零件性质（指大小、形状、表面状态、合金）和预期折不连续性类型来确定。

5 意义和用途

5.1 液体渗透检验法表明能探测出不连续的存在、位置在一定程度上指出其性质和大小。各种方法中的每一种方法分别用于专门的用途，诸如关键性军用项目、大批量零件、便携性或检验区的定位。方法的选择，应由所检验的零件或材料的设计和服务要求决定。

⁶ 可从美国公共卫生协会出版办公室获得。1015 Fifteenth Street, NW, Washington, DC 20005.

⁷ 可从美国航空航天工业协会（AIA）获得。1000 Wilson Blvd., Suite 1700, Arlington, VA22209-3928, <http://www.aia-aerospace.org>.

⁸ 可从汽车工程师学会（SAE）获得。400 Commonwealth Dr., Warrendale, PA 15096-0001, <http://www.sae.org>.

6 渗透材料和方法的分类

6.1 液体渗透检验的方法和类型按照 MIL-I-25135 和 AMS 2644 的分类，如表 1 所示。

6.2 荧光渗透检验（1 型）——荧光渗透检验是采用黑光（UVA）灯照射时可发出荧光的渗透剂。荧光渗透剂的灵敏度取决于其在工艺过程中，在各种尺寸不连续之中停留、回吸入显像剂膜，并产生荧光痕迹的能力。在适合的黑光灯下观察时的荧光痕迹，可比明场环境下观察的亮许多倍。

表 1 渗透检验类型和方法分类

I 型荧光渗透检验
方法 A——水洗型（见试验方法 E1209）
方法 B——后乳化型，油性（见试验方法 E1208）
方法 C——溶剂去除型（见试验方法报告 E1219）
方法 D——后乳化型，水性（见试验方法 E1210）
II 型着色渗透检验
方法 A——水洗型（见试验方法 E1418）
方法 B——溶剂去除型（见试验方法 E1220）

6.3 着色渗透检验（2 型）——着色渗透检验采用在可见光下看得见的着色渗透剂。渗透剂通常是红色的，因此在白色的显像剂背景上会产生一个鲜明的对比。着色渗透痕迹必须在足够强度的白光灯下观察。

7 材料

7.1 液体渗透检验材料——包括荧光和着色渗透剂、乳化剂（油基和水基）、溶剂去除剂（水和溶剂）和显像剂（干粉、水质和非水质）。生产厂家会推荐一族液体渗透剂检验材料，包括适用的渗透剂和乳化剂。在 QPL-25135/QPL-AMS2644 表中列出的所有液体渗透剂、乳化剂或去除剂，不论生产厂家是否推荐，都可使用。禁止不同工厂生产的渗透剂和乳化剂交叉使用。

注 3：对于硫、卤素和碱性含量的特殊要求参见 9.1 节。

注 4：值得提醒的是，许用的渗透材料对普通金属材料是无影响的，但有些渗透剂可能会使某些塑料或橡胶膨胀或污损。

7.2 渗透剂

7.2.1 后乳化渗透剂——是指不溶于水，也不能单用水洗而除去的一类渗透剂。要将它们从零件表面上选择性地除去，需使用一种单独的乳化剂。适当地施加乳化剂，经过适当的乳化时间，使它和多余的表面渗透剂相结合，形成一种可用水洗去的混合物，然后用水将它们从

零件表面上冲掉，使零件表面不再留有可发荧光的本底。恰当的乳化时间，必须要由试验来确定并予以保持，以保证不因过度乳化而损失显示的痕迹。

7.2.2 水洗渗透剂——是指经适当的渗透（滞留）时间后，可从零件表面直接用水洗去的渗透剂。由于乳化剂已“掺和”到可水洗渗透剂中，所以在除去多余的表面渗透剂时，如果漂洗阶段过长或过强，则水洗渗透剂也可能会从不连续性中被洗掉。因此，注意正确控制工艺过程以保证避免过度水洗极为重要的。某些渗透剂比其他品种更耐水洗，在操作中也应引起注意。

7.2.3 溶剂去除渗透剂——是指表面上多余的渗透剂能用擦拭方法除去绝大部分的渗透剂，残留的渗透剂痕迹要用溶剂去除剂（见 8.6.4）去除干净。为了避免将不连续性中的渗透剂除去，要注意避免使用过多量的溶剂。禁止用溶剂冲洗表面的方法来除去多余的渗透剂，因为渗透痕迹很容易被洗掉。

7.3 乳化剂

7.3.1 油性乳化剂——是一种油剂，用以使零件表面上多余的油质渗透剂产生乳化后，使其变为可水洗的。乳化剂和渗透剂各自的特性、零件材料表面粗糙度/几何尺寸情况决定了乳化时间。

7.3.2 水基乳化剂——是一种水溶性液体，用以使零件表面上多余的油性渗透剂产生乳化，变为可水洗的。这些水基乳化剂（洗涤剂型清除剂）是浓缩状的，使用时加水稀释，并采用浸渍或喷洒的方法施加到零件上。其浓度、使用和保存方法应参照生产厂家的说明书。

7.3.2.1 水基乳化剂是通过去垢作用从零件表面去除多余的渗透剂薄膜。在洗涤剂去除零件表面的渗透剂薄膜的同时，冲水的压力或敞开液槽中空气/机械搅动起着刷洗的作用。渗透剂和乳化剂各自的特性、零件材料表面粗糙度/几何尺寸情况决定了乳化时间。应使用适合的折射计每周对乳化浓度进行一次监控。

7.4 溶剂去除剂——溶剂去除剂能溶解渗透剂，使零件表面可以擦拭干净，无残留的渗透剂。

7.5 显像剂——显像剂形成一个半透明或白色的吸收涂层，通过渗吸作用，将渗透剂从表面不连续中吸出，从而使痕迹显示出来。

7.5.1 干粉显像剂——干粉显像剂是一种可直接使用的显像剂，它是一种能自由流动和不结块的粉末（见 8.8.1）。注意显像剂不得被荧光渗透剂沾污，因为沾污的显像剂斑点会像显示痕迹那样呈现出来。

7.5.2 水基显像剂——水基显像剂通常是干粉状态，可悬浮于水（水悬浮）或溶于水（水溶）。其浓度、使用和保存方法应遵守生产厂家说明书。水溶显像剂不能与方法 A 的 2 型或 1 型

渗透剂一起使用。

注 5: 如果使用和控制不当, 水基显像剂可引起痕迹剥落。规程应严格按 10.2 节执行。

7.5.3 非水基湿式显像剂——非水基湿式显像剂是将显像剂粉末悬浮于非水的溶剂性载体中, 并可直接使用。将非水的湿式显像剂喷洒在零件表面上, 干燥后形成一层薄膜。该薄膜为显像作用的介质。

注 6: 此种显像剂只可采用喷射方法施加。

7.5.4 液膜显像剂——是树脂或高分子聚合物在适当载体中的溶液或胶体悬浮液。这些显像剂能在零件表面上形成一种透明或半透明的涂层。某些类型的显像剂膜, 可以从零件上剥下来, 并作为记录而存档 (见 8.8.4)。

8 检验程序

8.1 下述的检验工艺参数同时适用于荧光和着色渗透检验方法。

8.2 温度限制——渗透剂材料以及被检零件的表面温度都应处于 40-125°F (4-52°C) 之间, 或按照第 10.2 节所述, 在准备采用的温度下对检验规程作出鉴定。

8.3 检验顺序——会导致连接表面不连续的操作或有可能显示以前没有开放到表面的不连续的操作, 全部完成之后, 最后进行渗透检验。这些操作包括但不限于, 磨砂、焊接、矫直、机加工和热处理工艺。通常在焊态、轧态、铸态、锻态, 或密实态的陶瓷的表面上能够获得令人满意的检验结果。

8.3.1 表面处理——一些处理可能会弄脏表面, 但本身不会引起表面不连续, 可在渗透检验之后进行。这些处理包括但不限于, 蒸汽爆破、修边去毛刺、喷砂、研磨、喷砂或抛光。经过这些表面处理之后进行渗透检验的零件表面必须采用浸蚀处理, 去除表面沾污的金属, 除非合同双方另有约定。注意, 最后的渗透检验一定要在表面强化之前进行。

注 7: 喷砂或喷丸可能封闭不连续, 所以应非常小心避免掩盖不连续。然而, 在某些情况下, 当合同双方同意时, 给定空气压力和/或介质的喷丸, 可以不用随后进行浸蚀处理。

注 8: 结构陶瓷或电工陶瓷为了渗透检验的表面准备, 不推荐采用打磨、喷砂和浸蚀, 因为可能造成损坏。

8.4 预清洗——渗透检验工艺能够取得成功, 在很大程度上取决于周围表面和不连续上有任何可能干扰渗透检验的污物 (固体或液体)。所有要作检验的零件或零件的有关部位, 都必须在施加渗透剂之前进行清洗和干燥。如果要检验的是一个零件的一个部分, 如焊缝, 包括热影响区的焊缝, 所有的污物都应从双方合同条款规定需要检验的区域内去除。“清洁”的

含义，就是在表面上没有任何的锈蚀、氧化皮、焊剂、飞溅物、油脂、油漆、油膜、灰尘等有可能干扰渗透工艺的物质。所有这些污物都会妨碍渗透剂渗入不连续（参见附录关于材料和零件的清洗）。

8.4.1 清洗后的干燥——清洗后让零件彻底干燥是很重要的，因为任何的液体残留物，都会妨碍渗透剂的渗入。干燥时，可将零件置于干燥箱中加温，采用红外线灯、加压热气或放在环境温度下让其自然干燥。

注 9：清洁处理的残留物，尤其是强碱、醋酸和铬酸可能与渗透剂发生不良反应，降低其灵敏度和性能。

8.5 施加渗透剂——零件经清洗、干燥，并冷却至指定的温度范围，对被检验的表面施加渗透剂，使整个零件或其被检验部位均被渗透剂完全覆盖。施加方法包括，浸渍、涂刷、冲洗或喷涂等。小型的零件通常放在合适的篮子中，然后浸入渗透剂槽中。对于较大的和几何形状复杂的部件，可以采用涂刷或喷涂方法有效地施加渗透剂。普通喷枪和静电喷枪都是将液体渗透剂施加到零件表面的有效方法。但并不是所有渗透剂材料都适合采用静电喷枪，因此使用前应进行试验。采用静电喷枪，可避免过量的液体渗透剂堆积在零件上，最大限度地减少过量喷涂，并可防止渗透剂进入空心孔通道成为渗透剂储存处，从而在检验中引起严重的渗出问题。汽雾喷涂器方便手提适用于局部区域施加。

注 10：用喷涂施加时，重要的是合适的通风。通常要采用一个设计恰光的喷涂房和排气系统。

8.5.1 渗透剂滞留时间——施加渗透剂之后，让过量的渗透剂从零件上流掉（要注意防止渗透剂在零件上的聚集），并应容许渗透剂有适当的滞留时间（见表 2）。渗透剂在零件上滞留以获得适当的渗透作用所必须的时间，应遵照渗透剂生产厂的建议。表 2 对各类型的材料、材料的形式、以及不连续的类型提出了渗透剂滞留时间的选用原则。除非另有规定，滞留时间不应超过生产厂的建议最长时间。

表 2 推荐的最少滞留时间

材料	形式	不连续性类型	滞留时间 ^A , (分钟)	
			渗透剂 ^B	显像剂 ^C
铝、镁、钢、黄铜、青铜、钛以及高温合金	铸件和焊缝	冷隔、气孔、未熔合、各种形式的裂缝	5	10
	锻造材料：挤压件、锻件、轧板	折叠、各种形式裂缝	10	10
硬质合金工具		未熔合、气孔、裂缝	5	10
塑料	各种形式	裂缝	5	10
玻璃	各种形式	裂缝	5	10
陶瓷	各种形式	裂缝、气孔	5	10

注：^A 湿度范围为 50-125°F（10-52℃），湿度范围在 40°F 和 50°F（4.4℃和 10℃）之间，建议最小滞留时间为 20 分钟。

^B 最长渗透剂滞留时间按照 8.5.1。

^C 对湿显像剂则要等零件表面上的涂层干燥后立即开始计算时间（按建议的最小值）。最大显像时间按 8.6.5 执行。

8.6 渗透剂去除

8.6.1 可水洗的（方法 A）

8.6.1.1 可水洗渗透剂的去除——经过所要求的渗透剂滞留时间后，必须用水洗的方法将检验表面上多余的渗透剂去除。可以用手工粗喷雾器或潮湿的抹布擦拭零件表面，半自动或自动喷水设备或是水浸来去除多余的渗透剂。浸渍冲洗时，零件完全浸泡在用空气或机械搅动的水箱中。

（a）将水温保持在一个相对恒定的温度 50~100°F（10~38℃）范围。

（b）冲洗水压应不超过 40psi(275kPa)。当使用水气压喷枪时，气压应不超过 25psi (172kPa)。

注 11：应避免过度清洗，过度的清洗会使不连续性中的渗透剂被冲洗掉。采用荧光渗透方法时，手工清洗过程应在黑光灯下进行，以便能够确定表面上渗透剂是否已充分洗去。

8.6.1.2 擦拭去除（方法 C）——经过要求的滞留时间后，多余的渗透剂用于干燥、清洗、不起毛的布/毛巾进行擦去。然后用干净的、不起毛的布/毛巾轻蘸水或溶剂，去除表面残留的渗透剂。采用荧光法检验的，要在黑光灯下完成，采用着色染料的，则在白光下完成。

8.6.2 亲油性乳化（方法 B）

8.6.2.1 亲油性乳化剂的施加——经过要求的渗透的滞留时间后，零件表面多余的渗透剂必须用要求的乳化剂（乳化剂与表面多余的渗透剂结合，其混合物可用水冲洗去除）浸渍或冲洗零件进行乳化。亲油性乳化剂不得采用喷洒或涂刷方式，且浸渍时零件或乳化剂不得搅动。在施加乳化剂后，零件应以能够防止乳化剂在零件上积聚的方式妥善控干和放置。

8.6.2.2 乳化时间——乳化时间应从施加乳化剂时开始计算。让乳化剂滞留在零件上与渗透剂接触的时间长度，取决于所采用的乳化剂类型以及零件的表面粗糙度。标称的乳化时间应按生产厂的建议。对每一种具体的应用，都应实验确定出实际的乳化时间。零件的表面光洁度（粗糙度）在乳化剂的选择和乳化时间的确定中，是一个重要的因素。接触时间应控制在能够得到可接受背景的最短时间，并应不超过 3 分钟。

8.6.2.3 后清洗——残留于零件表面的乳化渗透剂，可用手工、半自动或自动浸泡或是喷水设备或它们的组合设备进行有效的后清洗。

8.6.2.4 浸渍——浸渍后清洗时，零件应完全浸没于用空气或机械搅动的水箱中。零件在水箱里的时间应该是去除乳化渗透剂要求的最短时间。另外，水的温度范围应该为 50-100°F (10-38°C)。浸泡冲洗后的任何修饰冲洗应满足 8.6.2.5 的要求。

8.6.2.5 喷洒后清洗——这是一种乳化后清洗的有效方法，可采用手动或自动水喷洒冲洗的方式。水的温度范围要在 50-100°F (10-38°C) 之间。当使用手动喷枪时，水喷压力不应超过 40psi (275kPa)。当使用水气压力喷枪时，空气压力不得超过 25psi (172kPa)。

8.6.2.6 清洗有效性——如果乳化作用和最终清洗步骤是无效的，在乳化和清洗后仍有显示表面残余渗透剂痕迹，应彻底地再清洗并完全地再次处理零件。

8.6.3 亲水性乳化（方法 D）

8.6.3.1 亲水性去除剂的施加——经过要求的渗透的滞留时间后，施加亲水性去除剂之前，零件必须用水预清洗。预清洗是为了在乳化作用之前清除表面多余的渗透剂，以避免渗透剂沾污亲水性乳化剂箱子，从而延长其使用寿命。如果使用喷射方法施加乳化剂，则没有必要进行零件预清洗。

8.6.3.2 预清洗的控制——有效的预清洗，可采用手工、半自动或自动喷洒零件方式完成。当使用手动喷枪时，水喷洒压力不超过 40psi (275kPa)。当使用水气压力喷洒枪时，空气压力不得超过 25psi (172kPa)。推荐使用无杂质的水，以免堵塞喷嘴或者在零件上留下的残渣。

8.6.3.3 乳化剂的施加——残余在零件表面的渗透剂必须乳化，把零件浸泡在亲水性乳化剂浴箱中搅动，或用水/乳化剂溶液喷洒于零件上，使得在最后清洗阶段用水可洗净残留于零件表面的渗透剂残液。乳化作用时间就从施加乳化剂立即开始计算。乳化剂滞留在零件上与渗透剂接触的时间长度，取决于所采用的乳化剂类型以及零件的表面粗糙度。对每一种具体的应用，都应实验确定出实际的乳化时间。零件的表面光洁度（粗糙度）在乳化时间的确定中，是一个重要的因素。乳化接触时间应控制在可得到可接受背景的最短，并应不超过 2 分钟。

8.6.3.4 浸渍——以浸渍方法施加时，零件应完全浸没于乳化剂浴箱中。亲水性乳化剂的浓度应按制造商的推荐，浴箱或零件用空气或机械方法不停地轻轻地搅动。时间应控制在能够得到可接受背景的最短时间，但除非双方认可，滞留时间不得超过 2 分钟。

8.6.3.5 喷洒施加——喷洒施加时，零件的所有表面应该用水/乳化剂溶液平等和均匀地喷洒，

以有效地乳化零件表面残余渗透剂,使其可用水洗净。施加喷洒乳化剂的浓度应按照制造商的建议,但它不得超过 5%。水喷射压力应该小于 40psi(275kPa)。乳化接触时间应控制在能够得到可接受背景的最短时间,并应不超过 2 分钟。水的温度应在 50 和 100°F (10 和 38°C) 之间。

8.6.3.6 亲水性乳化渗透剂的后清洗——有效地为零件表面的已乳化渗透剂进行后清洗,可以采用手动或自动喷洒、水浸泡或组合方法。不论采用几种冲洗方法,总冲洗时间不得超过 2 分钟。

8.6.3.7 浸渍的后冲洗——如果使用搅动浸渍冲洗,零件在浴箱里的时间应达到可以有效地去除乳化渗透剂的最短,但不得超过两分钟。此外,水的温度范围应在 50 和 100°F (10 和 38°C) 之间。要注意,浸渍冲洗之后可能还需要修饰冲洗,但总的清洗时间不得超过两分钟。

8.6.3.8 喷洒后清洗——乳化作用后,有效的后清洗可采用手动、半自动或自动喷洒冲洗的方法来实施。使用手动喷枪时,水喷洒压力不应超过 40psi(275kPa)。当使用水气压力喷枪时,空气压力不得超过 25psi (172kPa)。水的温度范围要在 50 和 100°F (10 和 38°C) 之间。除非另外说明了,喷洒清洗时间应控制在两分钟之内。

8.6.3.9 清洗有效性——如果乳化作用和最终冲洗步骤是无效的,在乳化和清洗后仍有显示表面残余渗透剂痕迹,应彻底地再清洗并完全地再次处理零件。

8.6.4 溶剂去除渗透剂 (方法 C)——经过要求的渗透时间后,用一个干燥清洁而不起毛的布/毛巾擦去多余的渗透剂,然后用一块不起毛的布/毛巾少量蘸取溶剂去除剂。应温和擦拭,以免将渗透剂从不连续中去除。对光滑表面,可用干净、干燥的布擦拭。在施加渗透剂后和显影之前,禁止用溶剂冲洗表面。

8.7 干燥——不管使用的渗透剂类型和方法,在使用干的或非水的显像剂之前,在施加水基的湿显像剂之后,干燥的零件表面是必要的。干燥时间与所用的干燥类型、所处理零件的尺寸、特性、几何形状和数量有关。

8.7.1 干燥参数——部件应在室温下风干,或在干燥箱内烘干。室温下干燥可以使用风扇。干燥箱温度不应超过 160°F (71°C)。干燥时间仅应满足零件充分干燥的需要。干燥后的部件应立即从箱内取出,部件不应放置在存有积水或水基溶液/悬浮液的干燥箱内。

8.8 施加显像剂——各种类型的显像剂,有着各种不同类型的有效施加方法。如像抖撒、浸渍、冲洗或喷洒等。显像剂施加的选择取决于显像剂类型、零件的大小、结构和表面粗糙度。

8.8.1 干粉显像剂 (A 式)——干粉显像剂应在表面干燥后施加,应保证能完全覆盖零件的检验区域。可以将零件淹没或浸没到盛放干粉显像剂的容器中,或是浸没到干粉显像剂的流

态床中。也可采用手工的喷粉器或喷粉枪将粉末显像剂抖撒到工件上。最常用和最有效的方法是在一个密封的喷粉室中施加干粉，它能造成一种有效而受控制的粉雾。只要粉末能均匀地施加在整个被检查表面上，也可以使用适合于样品尺寸和几何形状的其他方法。多余的显像剂粉末，可以用轻微的抖动或敲击零件的方法，或是吹以低压干燥、干净和不超过 5psi(34kPa) 压缩空气来清除。干粉显像剂不与 II 型渗透剂一起使用。

8.8.2 水基显像剂 (B 和 C 式)——可溶于水的显像剂 (B 式) 禁止与 2 型渗透剂或 1 型渗透剂方法 A 共同使用。悬浮于水的显像剂 (C 式) 可与 1 型和 2 型渗透剂使用。水基显像剂应在零件上清除了多余的渗透剂后，并在干燥之前，立即施加到零件上。应按照生产厂的说明书来配制和保存水基显像剂，并在施加时要保证使其完全而均匀地覆盖到零件上。对零件施加水基的显像剂，可采用喷涂、冲洗或在准备好的显像剂槽中浸没等方法。浸泡的时间是只要所有的零件表面覆盖上显像剂即可。从显像剂槽中取出零件后，令让其控干，应从凹坑或下陷的部位排出所有多余的显像剂，以便消除有可能模糊不连续性的显像剂聚集现象。然后按照 8.7 所述，使零件干燥。已干的显像剂犹如一个半透明的或白色的零件涂层。

8.8.3 非水基湿显像剂 (D 和 E 式)——非水基的湿显像剂可以清除多余的渗透剂并等零件表面干燥之后，用喷涂方法施加到零件上，使一个薄而均匀的显像剂薄层包覆整个零件。应根据使用的渗透剂类型选择适合的方式施加显像剂。着色染料的显像剂应施加的很厚，以提供对比背景。荧光染料的显像剂要施加的很薄，以产生一透明覆盖层。禁止用浸渍或冲洗的方法对零件施加非水基的显像剂，因为这样会通过显像剂的溶剂作用，而使不连续中的渗透剂大量被冲洗 (溶解) 掉。

注 12: 挥发性溶剂型显像剂蒸发的蒸气是危险的。应一直保持适当的通风，尤其是在封闭体内部使用显像剂时。

8.8.4 液膜显像剂——喷涂的实施应遵照生产厂家的说明书。喷涂零件，使在零件检验区形成一个完整的薄而均匀的显像剂包覆层。

8.8.5 显像时间——检查前，显像剂保持在零件上的时间应不少于 10 分钟。对于干粉显像剂，显像时间应从施加之后立即开始算起。对于干粉显像剂，施加后立即开始计算显像时间。对于湿显像剂 (水基和非水基)，显像时间从显像剂薄膜干燥 (即水或溶剂载体挥发干) 之后开始计算。干粉显像剂 (A 式) 最长允许显像时间是 4 小时。水基显像剂 (B 和 C 式) 最长允许显像时间是 2 小时，非水基显像剂 (D 和 E 式) 时间最长为 1 小时。

8.9 检验——在经过一定的显像时间之后，如适用在可见光或紫外光下对零件进行检验。在显像时，同时观察零件的表面渗出，这样会有助于对显示的迹象作出评定。

8.9.1 紫外光检查——应在暗黑的场所用黑光检查用 1 型荧光渗透剂试验的零件时，环境的亮度不允许超过 2fc，烛光（21.5 lx）。应在检验表面，使用适合的可见光传感器进行测量。

注 13：当未去除多余的渗透剂和评价显示，由于在渗透剂荧光成分，直接暴露于紫外光，直接暴露于紫外光的测试零件最终褪色应当最小化。

8.9.1.1 黑光水平控制——在距离 15in[38.1 cm] 时，黑光强度最低应为 $1000\mu\text{W}/\text{cm}^2$ 为保证达到要求的输出功率，应每天检查黑光灯的强度（更多信息见导则 E2297）。反射镜和滤波片应每天检查是否清洁、完好。开裂和破碎的紫外线滤波片都应立即更换。由于电源电压的降低，可能会引起黑光输出功率的降低，并导致性能异常，所以在电源电压存在波动的时，应采用稳压变压器。

注 14：高强度黑光灯可发射大量不可接受的可见光，从而造成荧光指示消失，应小心地使用适合于荧光渗透剂试验目的的灯泡。

8.9.1.2 黑光灯预热——除非生产商另有规定，在使用或测量黑光灯泡的紫外辐射强度之前，应使灯泡预热至少 5 分钟。

8.9.1.3 眼的适应——渗透处理后，检查员应在检验零件前至少 1 分钟进入黑暗的检验场所。在某些环境下可能需要提前更长时间。在处理和检验零件时，不得戴光致变色或有色眼镜。

8.9.2 可见光检查——用 2 型着色渗透剂检查被检工件时，可用自然白光或人工白光进行检测。为保证检测的灵敏度，可采用适当的照明，并保证检验场所的光亮度不低于 100 fc [1076 lx]。（更多信息见导则 E2297）。

8.9.3 环境——要保持检验场所没有起干扰作用的杂物，包括荧光残留物和荧光体。

8.9.4 痕迹验证——仅限于 1 型检验，验证痕迹的通常作法是，用溶液沾湿的纱布或刷子擦拭痕迹，令该区域干燥而重新显影这一区域。除了非水基重新显影的时间至少 3 分钟，重新显影时间应不少于十分钟。如果痕迹不再出现，可以认定原来的痕迹是不存在的。对于某个最初的痕迹，这个过程可以进行两次以上。

8.9.5 评估——在检查中发现的所有痕迹，都应根据指定的验收标准进行评估。痕迹的参考照片在 E433 有注释。

8.10 后清洗——当残留的渗透剂或显像剂会干扰以后的加工过程或使用要求，需要进行检验后的清洗。如果残留的渗透剂检查材料会在使用过程中与其他的成分相结合而产生的腐蚀，则这样的清洗尤为重要，并且应在蒸气除油或零件加热之前进行，因为这种处理可能使显像剂疤结在零件上。可以采用适当的清洗技术，如简单水洗、机械清洗、蒸气除油、溶剂浸渍或超声清洗（关于后清洗的更多资料见附录 A1）。如果需要对显像剂作检验后的清除，

建议在检验后尽快进行，以免显像剂凝结在零件上。

9 特殊要求

9.1 杂质

9.1.1 当对奥氏体不锈钢、钛、镍基或其他高温合金进行渗透检验时，应考虑对硫、氯和碱金属等某些杂质含量加以控制。特别是在温度升高时，这些杂质成分可引起被检材料的脆性和腐蚀。此类评估，应考虑到杂质存在的形式。一些渗透材料含有大量的此类杂质，其存在形式是易挥发的有机溶剂。通常，它们蒸发快，一般不会产生问题。其他材料可能含有某些不挥发的杂质，并可能与零件起反应，特别是在潮湿和温度升高的情况下。

9.1.2 在普通的检验工艺条件下，因挥发性溶剂离开零件表面速度快而不会产生反应，一般在分析材料杂质之前，渗透材料要经过挥发去除溶剂的工艺过程。从这工艺过程的残余物随后按 D1552 或 D129 试验方法进行分析，随后用 D516 法进行分解，对硫的分析用方法 B（氧弹法）。残渣分析亦可用试验方法 D808 或附录 A2，关于测量易燃液体渗透材料中氯化物总量的方法和附录 A3，关于测量易燃液体渗透材料中氟化物总量的方法。亦可采用附录 4，关于测量阴离子的离子层分析法，该方法提供了一种单一仪器分析技术，用以快速连续分析常见阴离子，如氯、氟和硫离子的总量。残渣中碱金属用火焰光度计法、原子吸收光谱法或离子层分析法（见 ASTM D437）测定。

注 15：现在使用的一些标准，要求硫和氯杂质的水平不应超过任一可能存在的元素的 1%。而此种水平，在某些应用中是不可接受的。因此，实际的最高可接受的杂质水平，必须供需双方基于实际情况确定。

9.2 高温试验——当需要进行渗透检验的零件必须要在高温下作检验时，可以要求采用专门的渗透材料和操作技术。这、种检验应按照 10.2 所述作出审核并应参阅生产厂的建议。

10 鉴定和重新审核

10.1 人员资格鉴定——当客户要求时，所有的渗透检验人员应依据 SNT-TC-1A, ASNI/ASNT CP-189、NAS 410 或 MIL-STD-410 推荐作法适用版本按书面规程进行资格鉴定和认证。

10.2 鉴定程序——因使用时间、条件、材料不同于这些常规作法指定的或新材料，经合同双方同意，鉴定程序可以几种方法的任何一种完成。通常使用一个带有一个或几个相对尺寸一极小的不连续的试片。经合同双方同意，试片可带有真实的或模拟的不连续，如果它能显示生产检验中遇到的不连续特性。

10.2.1 当程序变化或当材料代用时，可要求重新审核鉴定程序。

10.3 无损检测机构鉴定——若一个如实施方法 E543 所述的无损检测机构是为了执行检查，机构应满足实施方法 E543 的要求。

10.4 重新审核——当渗透材料的类型或生产工艺有了改变或更换，应当要求重新进行审核（见 10.2）。

11 关键词

11.1 荧光液体渗透检测，亲脂性乳化剂，亲水性乳化剂，液体渗透检测，无损检测，溶剂去除，着色液体渗透检测，可水洗，后乳化，黑光，紫外光，可见光。

强制性附录

A1 零件和材料的清洗

A1.1 清洗方法的选用

A1.1.1 选用合适的清洗方法需考虑下列各种因素：（1）所要清洗的沾污类型，因为没有一种方法能同等有效地去除所有的沾污物；（2）清洗方法对零件的影响；（3）清洗方法对零件的实用性。例如大的零件就不能放到小的除油装置或超声清洗器中；（4）订购单位所规定的清洗要求。推荐采用下列各种清洗方法：

A1.1.1.1 去污剂清洗——去污清洗剂是一些非挥发性的可溶于水的化合物，并含有专门选择的表面活性剂，它能对各种类型污物，如起润湿、渗入、乳化以及皂化作用的油脂和油膜、切削和加工用的液体，以及无色素的拉拔润滑用的化合物等。去污清洗剂可以是碱性、中性或酸性的，但对被检工件必须没有腐蚀性。去污溶液的清洗性能，应有助于从表面和有空隙的部位完全清除污斑和脏物，所以也为它们吸收渗透剂而做好准备。清洗的时间应按照洗涤剂制造厂的建议。

A1.1.1.2 溶剂清洗——有各种类型的溶剂清洗剂，能有效地用于溶解如油脂和油膜、石蜡和密封剂、油漆以及一般有机物质的污物。这些溶剂应无残渣，尤其是当用于手工擦拭的溶剂或作为浸渍槽中的除油溶剂时，更应如此。对于像锈蚀和氧化皮、焊剂和焊接飞溅物等一类无机的污物，一般不推荐采用溶剂清洗剂来清洗。有些清洗溶剂是易燃的，并且可能有毒。要阅读生产厂的全部说明书和须注意的预防措施。

A1.1.1.3 汽雾除油——汽雾除油是一种能从工件表面和开口的不连续中清除油或油脂类污物的最优方法。它不能清除像灰尘、腐蚀物和盐类等无机的沾污；而且也可能清除不掉像塑料涂层、清漆，尤其是树脂型的污物。由于接触时间短，对于一些深的不连续可能清洗不完全，所以建议随后还采用溶剂浸泡。

A1.1.1.4 碱洗

（a）碱清洗剂是一些不挥发的水溶液，含有专门选择能对各类污物润湿、渗入、乳化以及皂化的去污剂。热的碱溶液也可用于去锈和去除氧化皮，以防止它们遮蔽各种表面不连续。使用碱清洗剂复合物时，必须要遵照生产厂的建议。对于用碱清洗的各种零件，在作渗

透检查之前, 必须将清洗剂完全漂洗干净, 并彻底干燥。但在施加渗透剂时, 工件的温度不许超过 125°F (52°C)。

(b) 蒸气清洗是热槽碱清洗法的一个改型, 能用于一些大而笨重的零件。它能从零件表面除去各种无机的污物以及许多有机的污物, 但可能触及不到深不连续的底部, 所以还建议随后再用溶剂来浸泡。

A1.1.1.5 超声波清洗——这种方法是将超声波的搅动加到去污清洗或溶剂清洗中, 以提高清洗效率和减少清洗时间。如果要除去的污物是无机的(如锈蚀、灰尘、盐类、腐蚀产物等), 应当采用水和去污剂。如果要除去的污物是有机的(如油脂和油膜等), 则应采用有机溶剂。超声波清洗后, 应将零件上的清洗液完全漂洗干净, 并彻底干燥。然后当冷却到至少 125°F (52°C) 时才能施加渗透剂。

A1.1.1.6 去漆——可以用溶剂型脱膜除漆剂或热槽碱分解型除漆剂来有效地去除漆膜。在大多数情况下, 必须将漆膜完全除掉, 以便暴露金属的表面。溶剂型除漆剂有高粘度加浓型和低粘度双层型两种, 前者可供喷涂或洗刷用, 后者可供浸液槽使用。这两种类型的溶剂除漆剂, 一般都以供货状态在室温下使用。热槽碱型除漆剂应按照制造商的说明书使用。除去漆膜后, 必须要对零件作充分漂洗, 以除去开口孔隙中的所有污物, 彻底干燥。然后当冷却到至少 125°F (52°C) 时才能施加渗透剂。

A1.1.1.7 机械清洗和表面条件改善——用于清除结碳、锈蚀、氧化皮和铸造粘沙等一类污物, 以及使工件去毛刺或是形成所要求的装饰性表面, 常常采用各种清除金属的工艺处理, 如锉平、抛光、刮削、机械铣切、钻孔、打磨、液体研磨、砂纸打磨、车床切削、滚动或振动去毛刺以及喷以各种磨料(包括玻璃珠、砂、氧化铝、木质纤维小球以及金属丸等)。但要注意, 这些工艺处理由于能挤平或压扁金属表层以及堵死不连续的表面开口, 因此很可能会降低渗透剂检查的效果。对于一些软的金属, 如铝、钛、镁以及铍合金, 就更是如此。

A1.1.1.8 酸洗——通常都采用能起钝化作用的酸溶液(酸浸溶液)来清除零件表面的氧化皮。氧化皮有可能遮蔽表面不连续, 并妨碍渗透剂进入不连续空隙, 因此清除氧化皮是必要的。此外, 也常常采用酸溶液或腐蚀剂来去除表面不连续上的金属污迹。此类腐蚀剂的使用应遵照生产厂的建议。

注 A1.1: 经过酸洗零件和材料必须将腐蚀剂完全漂洗干净, 然后再对其表面作中和处理, 并在施加渗透剂之前用加热方法使其充分干燥。各种酸类和铬酸盐, 会对荧光材料的荧光作用造成不良影响。

注 A1.2: 如果在酸洗后有可能生产氢脆, 则零件在作进一步处置之前, 应在适当的温度下烘烤适当的时间进行除氢。烘烤后的零件应冷却到 125°F (52°C) 以下再可施加渗透剂。

A1.1.1.9 陶瓷的空烧——将陶瓷制品放在干净的氧化性气体中加热,是一种除去潮气或少量有机污物或两者的有效方法,加热的最高温度不应损伤陶瓷件的性能。

A1.2 检验的后清洗

A1.2.1 显像剂的清除——干粉状的显像剂,可以有效地用吹风(无油)或用水漂洗的方法加以清除。湿的显像剂涂层,可以有效地用水漂洗或是用水和去污剂漂洗并辅以手工或机械清除(刷子擦洗、清洗机等)。可溶于水的显像剂涂层,可以简单地将工件放在水中漂洗而溶解掉。

A1.2.2 残余的渗透剂可以通过溶剂作用而清除。溶剂浸泡(至少 15 min)以及超声波溶剂清洗(至少 3 min),都是可以推荐的方法。在有些情况下,希望先作汽雾除油,然后再用溶剂浸泡。汽雾除油和溶剂浸泡的实际需要时间与零件的性质有关,应当由实验来确定。

A2 测量易燃液体渗透材料中氯化物总含量的方法

A2.1 适用范围及应用

A2.1.1 这些方法包括易燃液体渗透材料(液体或固体)中氯的测定。用两种滴定法的任一方法,其可应用的测定范围在 0.001 %~5%。这些方法是假定不含有溴或碘,如果含有这些元素,它们将作为氯的含量检出。这些元素的总含量无法检出。铬酸盐会干扰这些方法,使滴定点降低或消失。本方法只适用于能完全燃烧的材料。

A2.2 方法概述

A2.2.1 试样在加压充氧的密封弹中通过燃烧进行氧化(见 A2.2.1.1)。所析出的化合物用碳酸钠溶液吸收,然后用下述两种滴定分析方法之一测定氯化物的含量:一是用硝酸银以电位检出滴定终点的滴定方法(方法 A),另一是以通过电流的增加来检出滴定终点的电量法(方法 B)。

A2.2.1.1 安全——严格遵守下文中规定的所有防护措施以防止密封弹的爆裂。密封弹应有正确的设计结构,并处于良好的机械状态。但是密封弹最好还是用厚度至少为 1/2in (12.7 mm) 的钢板加以屏蔽,或者采用相当的防护措施以避免意外。

A2.3 设备

A2.3.1 密封弹——容量不应小于 300 ml,其结构在试验时不应有泄漏,并应能容易达到液体的定量收集。弹体的内表面可用不锈钢或其他任何不受燃烧过程或生成物作用的材料制成。在密封弹组件中采用的材料,例如顶盖衬垫和导线绝缘材料,应耐热和耐化学作用,并且不应有任何的反应以影响弹体中的液体的氯含量。

A2.3.2 试样杯——铂制的杯，底部外径 24 mm，顶部外径 27mm，外侧高度 12mm，重量为 10-11 g；熔制的不透明石英坩埚，通常的形状为顶部外径 29mm，高度 19 mm ,容量 5 ml(注 A2.1)；或镍制品（Kawin 小盖皿型式），上部直径 28mm，高 15mm，容量 5ml。

注 A2.1: 熔制的石英坩埚远较铂低廉且耐用，每次用后应采用细的湿砂纸擦净，在喷灯上加热至暗红色，浸泡在热水中一小时，然后干燥并在再使用之前贮存于容器中。

A2.3.3 引火线——近似英规 26 B&S 号的铂线。

A2.3.4 点火线路（注 A2.2）——能供给足够的电流使尼龙线或棉绳引燃而又不致使引火线熔化。

注 A2.2: 点火电路中的开关应为常开型，只有由操作者在点火时才能手动闭合接通。

A2.3.5 尼龙线或棉绳，白色。

A2.4 试剂的纯度

A2.4.1 在所有的试验中，应采用化学纯试剂。除非另有说明，所有的试剂均应符合美国化学学会试剂委员会的相应规范，该协会提供这些规范⁹。也可以采用其他品级的试剂，但首先要弄清楚这些试剂的纯度是否高得足以不降低测定的精度。

A2.4.2 除非另有说明，所涉及的水应指的是符合 D1193 标准的试剂用水的平均参考级别。

A2.5 样品制备

A2.5.1 渗透剂，清洗剂，乳化剂，磁油

A2.5.1.1 将50g被检材料放入150mm的器皿中。

A2.5.1.2 将150mm器皿放入194°F[90°C]到212°F[100°C]炉中加热60分钟。

A2.5.1.3 将材料冷却到室温。

A2.5.2 溶剂清除剂

A2.5.2.1 测量铝盘的重量。

A2.5.2.2 称取100g的清除剂放入铝盘中

A2.5.2.3 将铝盘放在通风橱的加热板上

A2.5.2.4 蒸发材料直到铝盘接近干燥状态。

A2.5.2.5 将盘放入194°F 到212°F得预先加热过的炉中保持10分钟。

⁹ 试剂化学制品，美国化学学会的规范，美国化学学会，Washington, D C.对试剂测试上的建议美国化学学会未列出，见实验室化学制品的年度标准，BDH Ltd., Poole, Dorset, U. K., 和美国药典和国家规定，U. S. Pharmaceutical Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

A2.5.2.6 将盘从炉中取出并冷却。

A2.5.2.7 重新称量盘重并记录。

注 A2.3: 关于清除剂—如果剩余物小于 50 ppm, 报告剩余物重量。如果重量大于 50 ppm, 应采用爆炸工艺进行处理。

A2.6 分解

A2.6.1 试剂与材料

A2.6.1.1 氧气——无易燃材料和卤化物, 压强应达到 40 atm (4.05 MPa)。

A2.6.1.2 碳酸钠溶液 (每升 (L) 含 50g 的 Na_2CO_3) ——将 50g 无水 Na_2CO_3 或 58.5g 的 $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 或 135 g 的 $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 溶于水中, 并稀释至 1L。

A2.6.1.3 白油, 精炼。

A2.6.2 程序

A2.6.2.1 弹体与试样的准备——截取一段长约 100 mm 的引火线。将中间部分 (约 20 mm) 绕成线圈, 把两自由端连接于接线柱。线圈布置在试样杯一侧的上部, 在弹体中放入约 5ml 的 Na_2CO_3 溶液 (注A2.4), 盖好弹盖并用力摇动 15 秒, 使溶液分布于弹体内壁。打开弹盖, 将盛有试样的试样杯置于一个接线柱的支环中。在引火线与试样之间插入一段短尼龙线。试样重量中含氯量超过 20 mg 时可引起弹体受腐蚀。如果预期含氯量为 2.5% 或更高, 则试样的重量不应超过 0.4 g。如果试样为固体, 则不应超过 0.2 g。对于固体试样, 使用的白油为 0.8 g。如果使用白油 (注A2.5), 此时应用滴管将白油加入试样杯 (见注A2.6 和注A2.7)。

注 A2.4: 弹体在反复用于测定氯之后, 内表面可见到一层薄膜。应该采用定期抛光的办法把这种暗淡的薄膜除去。一种良好的清除方法是将弹体置于车床上以大约 300 转/分钟的速度旋转, 并用 2/0 号或相当的砂纸进行抛光, 抛光时应在砂纸上涂抹轻机油以防止磨削, 然后用无磨料的氧化铬软膏和水精抛。这种方法可除去所有的薄膜, 但非常深的凹坑除外, 其表面可达到非常高的抛光效果。密封弹在使用前应用肥皂和水清洗, 除去抛光时留下的油或软膏。绝对不得使用有多孔或凹坑表面的密封弹, 因为在每次试验时都有可能残留氯。建议, 试样与白油或其他无氯燃烧材料的总量不要大于 1 g。

注 A2.5: 如果试样与白油不易混合, 可使用一些非挥发性的无氯的易燃稀释剂代替白油, 但试样与非挥发性稀释剂的总重量不应超过 1g, 有些固态添加剂是比较难溶解的, 但在用白油层涂覆时能良好地燃烧。

注 A2.6: 应尽可能避免交替试验氯含量高与低的试样。因为在许多试验室中都已观察到难以从弹壁上清洗氯的最后残迹。残留的氯会从一个试样带至另一个试样。当含氯量高的试样完成后再作含氯量低的试样时, 对低氯的试样应作重复试验, 并且在不符合本方法重复性的限度时, 应对所获得的这一或这两个低的试验值认为可疑。

A2.6.2.2 氧气的加入——使试样杯就位后，尼龙线或棉绳的末端应浸入试样中，将密封弹组装并严密封盖。缓慢地输入氧气（注 A2.7）（要避免将油从杯中吹出），直到压强达到如表 A2.1 指出的数值。

注 A2.7：如果密封弹已受到剧烈震动、跌落或倾斜，建议不得加氧或点火。

A2.1 表压

氧气瓶体积 ml	表压, Atm (MPa)	
	最小 ^A	最大
300~350	38 (3.85)	40 (4.05)
350~400	35 (3.55)	37 (3.75)
400~450	30 (3.04)	32(3.24)
450~500	27 (2.74)	29 (2.94)

^A 最小压力指为了保证提供足够的氧以完全燃烧，最大压力是出于安全要求。

A2.6.2.3 燃烧——把弹浸入冷水槽中，将接线柱与开路的电路连接，然后接通电路给试样点火。弹体至少在浸没 10 分钟后才能从水槽中移出。缓慢而匀速地释放压力，操作时何要求不少于 1 分钟。打开弹盖并检验含量，如果发现有未燃烧的油迹或烟灰沉积，则应放弃测定，并在重新使用之间应对弹体作彻底的清洗（注 A2.4）。

A2.7 分析方法 A——电位滴定法

A2.7.1 装置

A2.7.1.1 银条电极；

A2.7.1.2 玻璃电极，pH 值测量型；

A2.7.1.3 滴管，容量 25 ml，刻度 0.05ml；

A2.7.1.4 毫伏计，或是能测量 0~220 mV 的有扩展标度的 pH 计。

注 A2.8：强烈推荐采用自动滴定器代替 A2.3.1.3-A2.6.1.4 所列项目。自动的设备能免除许多令人厌烦的劳动，并且大为提高本方法的重复性和灵敏度。

A2.7.2 试剂和材料

A2.7.2.1 无氯丙酮。

A2.7.2.2 无氯甲醇。

A2.7.2.3 硝酸银溶液（0.0282 N）——将(4.7910±0.0005)g 的硝酸银（AgNO₃）溶解于水并稀释至 1L。

A2.7.2.4 氯化钠溶液（0.0282 N）——将数克氯化钠（NaCl）在 130-150℃ 温度干燥 2 小时取（1.6480±0.0005）g 经干燥的 NaCl 溶解于水，并稀释至 1L。

A2.7.2.5 硫酸(1+2)——将 1 个体积的浓硫酸 (H_2SO_4 , 比重 1.84) 与 2 个体积的水混合。

A2.7.3 氯溶液的收集——用洁净的钳子将试样杯移置于一个 400 ml 的烧杯中。由清洗瓶喷出细流的甲醇清洗弹壳的壁, 并将冲洗下来的液体注于烧杯内, 任何残留物均应冲洗入烧杯, 然后冲洗弹盖和接线柱; 最后冲洗试样杯的内、外壁。这些冲洗下来的液体均应注入烧杯。冲洗液体应等于、但不超过 100 ml。添加甲醇至 100 ml。

A2.7.4 氯的测定——加入 5 ml 的 H_2SO_4 (1:2) 以酸化溶液 (溶液应对石蕊呈酸性, 并使白色 Na_2CO_3 沉淀消失), 加入 100 ml 丙酮。将电极放入溶液, 开动搅拌器 (如果使用机械搅拌器) 并开始滴定。如果用手工滴定, 应将 pH 计调节至扩大的毫伏计标度, 并记下其读数, 从滴定管精确地加入 0.1 ml 的 AgNO_3 溶液, 搅拌数秒后, 记下新的毫伏计读数。从第一次读数减去第二次读数; 继续滴定, 记下每次 AgNO_3 溶液的量 and 每次读数与前一次读数的相差量。继续加入 0.1 ml 的增量, 记下读数并得出各次得差值, 直至得到最大得差值, 为产生这最大差值所需 AgNO_3 溶液的总量即是滴定终点。自动滴定器则连续搅动试样, 加入滴定剂, 测量电位差, 计算差值, 并在图表上画出差值。最大的差值即为滴定终点。

注 A2.9: 为得到最大的灵敏度, 在用自动滴定器时, 可以采用 0.00282 N 的 AgNO_3 溶液。但这种稀释剂试剂不应用于大的试样或含氯量可能超过 0.1% 的场合, 因为这些试验将引起在 10 ml 或更高的滴定终点。在这种滴定中使用大量的水会减小各次读数间的差值, 使滴定点极难检出。对于含氯量超过 1% 的 0.8 g 或更大的试样, 为避免超过 10 ml 水释的极限, 需要用 0.282 N 的 AgNO_3 。

A2.7.5 空白试验——空白测定时采用的白油量即为应用时的量, 但不用试样 (液体试样通常仅需 0.15~0.25 g 白油, 而固体试样需 0.7~0.8 g 白油)。按照常规步骤做二或三次试验以确认其结果处于试验重复性的限度之内。当使用新的一批试剂或白油时, 要重做这些空白试验。空白试验的目的是测定在白油、试剂中, 或由污染介入的氯。

A2.7.6 标准化——硝酸银溶液不会永久地稳定, 所以它的真实酸度首先应在制备时校核, 然后在其使用期内还应作定期校核。这种校核是以一已知 NaCl 溶液的滴定来完成的。如下述: 按照试验所指定的量准备化学药品 (Na_2CO_3 溶液、 H_2SO_4 溶液、丙酮和甲醇) 的混合剂。用滴管吸取 5.0 ml 的 0.0282 N NaCl 溶液并滴定其终点。制备并滴定除 NaCl 溶液以外所有其他化学药品的类似混合剂, 这样就得出试剂的空白读数。按下式计算 AgNO_3 溶液的当量浓度:

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{5.0 \times N_{\text{NaCl}}}{V_A - V_B} \quad (\text{A2.1})$$

式中:

N_{AgNO_3} = AgNO_3 溶液的当量浓度;

N_{NaCl} =NaCl溶液的当量浓度；

V_A =包括NaCl溶液在内时，所用AgNO₃，滴定溶液的毫升数；

V_B =只滴定试剂溶液时，所用AgNO₃滴定溶液的毫升数。

A2.7.7 计算——按下式计算试样的氯含量：

$$\text{氯,重量 \%} = \frac{(V_S - V_B) \times N \times 3.545}{W} \quad (\text{A2.2})$$

式中：

V_S =试样所用的AgNO₃溶液的毫升数；

A_B =空白试验所用的AgNO₃溶液的毫升数；

N =AgNO₃溶液的当量浓度；

W =所用试样的克数。

A2.7.8 精度和准确度

A2.7.8.1 应用下述准则来判断结果的合格性。

A2.7.8.1.1 重复性——同一分析人员得出的结果，若其差别不大于 0.006%或测定值的 10.5%（取较高者），则不应认为可疑。

A2.7.8.1.2 再现性——不同试验室得出的结果，若其差别不大于 0.013%或检出值的 21.3%（取较高者），则不应认为可疑。

A2.7.8.1.3 准确度——本方法的平均回收为实际存在量的 86%~89%。

A2.8 分析方法 B——电量滴定法

A2.8.1 设备

A2.8.1.1 电量法氯化物滴定器。

A2.8.1.2 烧杯，两只，100 ml，或上釉的坩埚（最好具有 1½in外径的底）。

A2.8.1.3 冷藏箱。

A2.8.2 试剂：

A2.8.2.1 冰醋酸、结晶。

A2.8.2.2 干明胶混合物¹⁰。

¹⁰ 可从设备供应商处购买。一个典型由 6 克明胶、0.1 克的酚蓝及 0.1 克草酚的混合物，化学试剂等级，晶体。

A2.8.2.3 硝酸。

A2.8.2.4 氯化钠溶液——10 meq C/l, 将一定量的 NaCl 在 130~150℃干燥 2 小时。在密闭容器中称出干燥的 NaCl (5.8440±0.0005) g, 溶于水并稀释至 1L。

A2.8.3 试剂制备

注 A2.10: 由于要有 50 ml 的水冲洗弹体的干扰, 需对常规的试剂制备法稍作变动, 经修改的方法可清除这种干扰, 且不改变滴定的质量。

A2.8.3.1 明胶溶液——典型的制备是将 1L 热的蒸馏水或去离子水加入由设备制造商供应的管形瓶中, 后者装 6.2g 的干明胶。缓慢加热, 不断混合, 直至明胶完全溶解。

A2.8.3.2 整分成若干份, 每份足够一天分析之用(30 ml 够作约 11 次的滴定)。剩余部分保存在冷藏箱中, 但勿冻结。溶液在冷藏箱中可保存约 6 个月。当需用时, 将一天的一份进入热水使明胶液化。

A2.8.3.3 冰醋酸硝酸溶液——典型的比例为 12.5:1(12.5 份CH₃COOH与 1 份HNO₃)。

A2.8.3.4 混合足够作一次滴定的明胶溶液和醋酸-硝酸混合液。(典型的混合是 2.5ml 的明胶溶液和 5.4 ml 的醋酸-硝酸溶液)。

注 A2.11: 为了方便, 溶液可以较大量地预先混合, 但可能经过 24 小时后就不能使用。

A2.8.3.5 至少作出三次空白值, 并按滴定器的操作说明取得平均值, 分别测定 5 滴白油和 20 滴白油的空白值。

A2.8.4 滴定

A2.8.4.1 称出最接近 0.1g 的精度, 并记录 100 ml 烧杯的质量。

A2.8.4.2 用洁净的钳子将试样杯从盖装配架中取出, 并用冲洗瓶将内、外壁用水冲洗入 400 ml 的烧杯中。

A2.8.4.3 将弹壳向 100 ml 烧杯倒空, 用冲洗瓶将弹壳所有侧壁用水洗入烧杯。

A2.8.4.4 从盖装配架中卸下盖装配件, 并用冲洗瓶将其下面、铂线和接线柱冲洗入同一 100 ml 的烧杯。总的冲洗水量应为 (50±1) g。

A2.8.4.5 在盛有 50 g 冲洗下来的水(包括已分解的试样)的 100 ml 烧杯中, 加入规定量的明胶混合液和醋酸-硝酸混合液, 或者是已混合的明胶与醋酸-硝酸混合液。

A2.8.4.6 用电量滴定计按照操作说明规定的步骤进行滴定。

A2.8.5 计算——按下述计算试样中氯离子的浓度:

$$\text{氯, 重量 \%} = \frac{(P - B) \times M}{W} \quad (\text{A2.3})$$

式中:

P=有试样时获得的计数读数；

B=三个空白读数平均值获得的平均计数读数；

M=标定常数。它取决于仪表使用时量程的调节以及以每公升溶液中 Cl 的 100 meq 的已知量获得的读数；

W=所使用试样的重量，g。

A2.8.6 精度和准确度

A2.8.6.1 可以期望同一操作者的重复结果具有下述相对标准偏差：

氯化物的大致，%	相对标准的偏差（RSD），%
1.0 及以上	0.10
0.1	2.5
0.003	5.9

A2.8.6.2 可以期望此方法所得值与真实值得差异如下述：

0.1% 及大于 0.1% 的氯	±2%
0.001%~0.01% 的氯	±9%

A2.8.6.3 如果存在溴，将得出 36.5% 的真实值；若存在碘，将得出 20.7% 的真实值，不能检出氟。

A3 测量易燃液体渗透材料中氟化物总含量的方法

X3.1 适用范围及应用

A3.1.1 本方法包括对易燃液体渗透材料（液体或固体）中氟的测定。但这些材料不应有可观含量的干扰元素，或燃烧后有任何不溶的残迹，其适用范围是 1~200 000 ppm。

A3.1.2 氟含量的测量系采用氟化物选择离子电极。

A3.2 方法概述

A3.2.1 试样在加压充氧密封弹中通过燃烧进行氧化（见 A3.2.1.1）。由此而释出的氟化合物用柠檬酸钠溶液吸收。氟的含量则用氟化物选择离子电极以电位差法测定。

A3.2.1.1 安全——严格遵守下文中规定的所有防护措施，以防止密封弹的爆裂。密封弹应有正确的设计结构，并处于良好的机械状态。但是，密封弹最好还是用厚度至少为 1/2in（12.7 mm）的钢板封闭起来，或者采用相当的防护措施以避免意外。

A3.3 干扰

A3.3.1 硅、钙、铝、镁以及其他会与氟离子形成沉淀的金属，如果它们存在浓度超过它们

相应的氟化物的溶解度，就将引起干扰。燃烧后的不溶残渣会带走氟，即使后者本来是可溶的。

A3.4 样品制备

A3.4.1 渗透剂，清洗剂，乳化剂，磁油

A3.4.1.1 将50g被检材料放入150mm的器皿中。

A3.4.1.2 将150mm器皿放入194°F[90°C]到212°F[100°C]炉中加热60分钟。

A3.4.1.3 将材料冷却到室温。

A3.4.2 溶剂清除剂

A3.4.2.1 测量铝盘的重量。

A3.4.2.2 称取100g的清除剂放入铝盘中

A3.4.2.3 将铝盘放在通风橱的加热板上

A3.4.2.4 蒸发材料直到铝盘接近干燥状态。

A3.4.2.5 将盘放入194°F 到212°F得预先加热过的炉中保持10分钟。

A3.4.2.6 将盘从炉中取出并冷却。

A3.4.2.7 重新称量盘重并记录。

注 A3.1: 关于清除剂—如果剩余物小于 50 ppm，报告剩余物重量。如果重量大于 50 ppm，应采用爆炸工艺进行处理。

A3.5 设备

A3.5.1 密封弹——其容量不应小于 300 ml，其结构在试验时不应有泄漏，并应能容易达到液体的定量回收。弹体的内表面可用不锈钢或其他任何不受燃烧过程或生成物作用的材料制成。在密封弹组件中采用的材料，如顶盖衬垫和导线绝缘材料，应耐热和耐化学作用，并且不应有任何影响弹体中液体的氟含量的反应。

A3.5.2 试样杯——由镍制成，其底部外径 20 mm，顶部外径 28 mm，高度 16 mm。或由铂制成，其底部外径 24 mm，顶部外径 27 mm。高度 12 mm，重量为 10~11g。

A3.5.3 引火线——为近似英制 26 号的铂线。

A3.5.4 点火电路（注 A3.2）——能供给足够的电流，使尼龙线或棉绳引燃而又不致使引火线熔化。

注 A3.2 注意：点火电路中的开关应为常开型，只有由操作人员人为地置于闭合状态除外。

A3.5.5 尼龙线或棉绳，白色。

A3.5.6 漏斗，聚丙烯（注 A3.3）。

A3.5.7 量瓶, 100 ml, 聚丙烯 (注 A3.3)。

A3.5.8 烧杯, 150 ml, 聚丙烯 (注 A3.3)。

A3.5.9 吸管, 100 ml, Eppendorf-型 (注 A3.3)。

A3.5.10 磁性搅拌器, 及有 TFE 涂层的磁性搅拌棒。

A3.5.11 氟化物特殊离子电极, 以及适当的参考电极。

A3.5.12 毫伏计, 能度量至 0.1 mV。

注 A3.3: 决不可用玻璃器皿装氟化物的溶液, 因为它将从溶液中去掉氟离子或者在随后的使用中将溶液的氟离子带至较稀的溶液。

A3.6 试剂

A3.6.1 试剂的纯度——在所有的试验中, 应采用化学纯试剂。除非另有说明, 所有的试剂均应符合美国化学学会分析试剂委员会的标准⁹。也可采用其他品级的试剂, 但必须首先查明试剂的纯度是否高得足以使它们的应用不致降低测定的精度。

A3.6.2 水的纯度——除非另有说明, 所涉及的水应是能够符合 D1193 标准的 I 类试剂水。

A3.6.3 氟化物溶液, 贮罐 (2000 ppm) ——将预先干燥 (以 130~150℃ 温度加热 1 小时, 然后在干燥器中冷却) 的氟化钠 (4.4200 ± 0.0005) g 溶解于蒸馏水, 并稀释至 1L。

A3.6.4 氧气, 无易燃材料和卤化物, 应达到 40 个大气压的压强 (4.05 MPa)。

A3.6.5 柠檬酸钠溶液——二水柠檬酸钠 27g 溶解于水, 并稀释至 1L。

A3.6.6 氢氧化钠溶液 (5N) ——氢氧化钠丸 (NaOH) 200 g 溶解于水, 并稀释至 1L, 贮于聚乙烯容器。

A3.6.7 冲洗液 (改型的 TISAB, 总离子强度调整缓冲剂) ——在 300 ml 蒸馏水中加入 32 ml 冰醋酸, 6.6 g 的二水柠檬钠, 以及 32.15 g 氯化钠, 搅拌之使溶解, 然后用 5N NaOH 溶液调节 pH 值至 5.3, 冷却并稀释至 1L。

A3.6.8 白油, 精练。

A3.7 分解程序

A3.7.1 氧弹与试样的准备——切取一段长度为 100 mm 的引火线, 将中间部分 (约 20 mm) 绕成线圈, 并将两个自由端与接线柱连接, 线圈布置在试样杯一侧的上部, 在弹体中放入 10 ml 的柠檬酸钠溶液, 合上弹盖并剧烈摇动 15 秒, 使溶液分布于弹体的内壁上。打开弹盖, 将装有试样的试样杯置于接线柱支座中, 并在引火线与试样之间插入一短段尼龙线。所用试样重量不应超过 1g。如果试样为固体, 此时应加入几滴白油以保证试样的引燃。

注 A3.4: 所用试样的重量中若含氯超过 20 mg, 就会导致弹体腐蚀。为避免这种腐蚀, 对于氯含量超

过 2% 的试样，所用试样重量推荐按照下表所列：

氟含量，%	试样重量，g	白油重量，g
2~5	0.4	0.4
5~10	0.2	0.6
10~20	0.1	0.7
20~50	0.05	0.7

所用的试样与白油或其他无氟燃烧材料的总量不要大于 1g。

A3.7.2 氧的加入——试样杯就位后，尼龙线或棉绳的末端应浸入试样中。将密封弹组装并严密封盖，缓慢地输入氧气（见注 A3.5）（要避免试样从杯中被吹出），直到压强达到表 A3.1 指出的数值。

注 A3.5：注意：如果密封弹受过震动，跌落或倾斜，则不得充氧或点火。

A3.7.3 燃烧——把弹浸入冷水槽中。将接线柱与断开的电路连接，然后闭合电路点燃试样。至少浸没 10 分钟以后才能把弹体从水槽中移出，缓慢而匀速地释放压力，其过程不得少于 1 分钟。打开弹盖并检验含量，如果发现有未燃尽的油迹或烟灰沉积，则当放弃测定，并在重新使用之前对弹体彻底的清洗。

A3.7.4 氟溶液的收集——用洁净的钳子将试样杯取出，并用清洗液冲洗入一个 100 ml 的量瓶。用清洗瓶以细喷流的清洗溶液冲洗弹壳的壁，冲洗下来的溶液注入量瓶，再冲洗弹盖和接线柱，也注入量瓶。最后添加冲洗液，使溶液达到量瓶的刻度线。

表 A3.1 表压

弹体容量，ml	表压，atm (MPa)	
	最小 ^A	最大
300~350	38	40
350~400	35	37
400~450	30	32
450~500	27	29

^A 规定最小压力是为了提供足够的氧气使之能完全燃烧，而最大压力则是安全的要求。

A3.8 程序

A3.8.1 按制造商所述确定电极的斜率（每 10 倍浓度改变的毫伏）。

A3.8.2 进行无试样的操作获得一无试剂的溶液。

A3.8.3 将氟化物和参考电极浸入溶液并获得平衡读数至 0.1 mV（电极的状态将决定达到平衡所需时间，它可以只是 5 分钟，也可以长达 20 分钟）。

A3.8.4 加入 100 μ l 贮备的氟化物溶液，并在与 A3.8.3 中所需的相同时间以后得出读数。

A3.9 计算

A3.9.1 按下述公式计算试样的氟含量：

$$\text{氟, ppm} = \frac{\left[\frac{2 \times 10^{-4}}{10^{\frac{\Delta E_1}{S}} - 1} - \frac{2 \times 10^{-4}}{10^{\frac{\Delta E_2}{S}} - 1} \right]}{W} \times 10^6 \quad (\text{A3.1})$$

式中:

ΔE_1 = 试样溶液中加入 100 μl 的贮备氟化物溶液后改变的毫伏数;

ΔE_2 = 空白溶液中加入 100 μl 的贮备氟化物溶液后改变的毫伏数;

S = 按 A3.8.1 确定的氟化物电极的斜率;

W = 试样的重量, g。

A3.10 精度和偏差

A3.10.1 重复性——同一分析人员两次所得的结果, 若其差别不等于大于 1.1 ppm(0.00011%) 或检出值的 8.0% (取较高者), 则不应认为可疑。

A3.10.2 再现性——不同实验室得出的两次测定值, 若其差别不等于大于 6.7 ppm 或检出值的 129.0% (取较高者), 则不应认为可疑。

A3.10.3 偏差——本方法用正确的技术可以达到 83%~85% 的回收, 但平均回收为实际存在量的 62%~64%。

A4 用导电性测量的离子色谱法确定阴离子

A4.1 适用范围和应用

A4.1.1 这种方法是 ASTM 程序及 APHA 法 429 的简化, 是一种优化的分析有机基材料上有害物质的方法。对于普通阴离子如溴离子、氯离子、氟离子、硝酸根离子、亚硝酸根离子、磷酸根离子以及硫酸根离子的快速、连续测量, 该方法提供了一种简单仪器测试技术。

A4.2 方法概述

A4.2.1 材料在分析前一定得溶进一种水性溶液中。试样是经在有一定压力下氧弹内燃烧而氧化的, 在点火的同时, 释放产物被盛在氧弹的洗提液所吸收。这种水性溶液从氧弹内流下, 过滤, 然后稀释到一定体积。

A4.2.1.1 经过滤的部分试样喷入碳酸盐-碳酸氢盐洗提液的液流中, 并经过一系列离子交换器。我们感兴趣的阴离子由于与低容量、强碱性的离子交换器之间有相互亲和力而分离开来。经过分离的阴离子被引入强酸性的阳离子交换器(抑制栅), 在该处它们(阴离子)转变成高导电性酸, 而碳酸盐及碳酸氢盐洗提液转变成弱导电性碳酸。以酸的形式存在的阴离子可用导电性来测量。与标准试样相比, 由于它仍存在时间不一样, 很容易被分辨出来。其含量

可由测量峰面积和峰高来定量。多准备几种样品，以相近的方法测量分析。

A4.2.2 干扰——任何物质存在的时间与被测阴离子相重叠将会发生干扰。比如，相对高浓度低摩尔分子量的有机酸会对氯离子、氟离子检测发生干扰。任何一个高浓度离子和其他物质重溶时也会发生干扰。试样稀释克服许多干扰因素。要解决鉴别及定量中的偶然因素，最好采用已知附加条件的实验方法。虚假的峰可能来自试剂、玻璃皿以及其他试样处理设备的污染。由于所用试样体积较小，一定要小心避免污染。

A4.2.3 最小可检测浓度——阴离子最小可检测浓度是试样大小和检测所用导电率刻度表量程的函数。一般来说，若 100 μL 试样在 10 μmho 满量程导电性检测仪中，最小检测浓度的范围是： F^- 为 0.05 mg/l， Br^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 和 SO_4^{2-} 为 0.1 mg/L。相近的数值可以通过高精度和电子积分仪得到。

A4.3 设备

A4.3.1 氧弹，有不小于 300 ml 的容积。其结构在试验过程中不应有泄漏，液体从氧弹内易定量采集。氧弹的内表面由不锈钢或别的不易被燃烧过程和燃烧产物影响的材料制成。用在氧弹中的装配的材料，如头部密封圈和导线绝缘，必须耐热、耐化学反应，不应受到任何影响氧弹内液体中的氯元素含量的反应。

A4.3.2 试样杯，若用铂制成，底部外径为 24 mm，顶部外径为 27 mm，高为 12 mm，重量 10 至 11g。若用不锈钢熔融石英制成，顶部外径为 29mm，高为 19mm，容积为 5ml(见 A4.1)，或用镍制成 kawin 瓶型式，顶部直径 28mm，高 15mm，容积为 5ml。

注 A4.1: 熔融石英坩埚比铂坩埚更为经济，寿命更长，每次使用后，需用细砂布擦净，在炉子上加热到暗红，然后在热水中浸 1 小时，干燥后存放在干燥器中。

A4.3.3 引火线，铂制成，接近于 No.26 B 或 S 规格。

A4.3.4 点火电路（注 A4.2），能提供足够的电流点燃尼龙线或棉绳，而线路不会熔化。

注 A4.2: 点火电路的开关应一直保持断开，除非操作者把它置到合上的位置。

A4.3.5 尼龙线或棉绳，需洁白色。

A4.3.6 离子色谱仪，包括一个喷射阀、一个试样环、护板、分离器、抑制栅、一个小体积的温度补偿导电电池（ $\leq 6\mu\text{l}$ ），一个可拆卸式的、在不大于 2 秒内能满足量程感应的图表记录仪。离子色谱仪在 1400 至 6900kPa 的压力下，应能输送 2 至 5ml 的洗提液。

A4.3.7 阴离子分离栅，苯乙烯二乙烯基苯为基的、小容量薄膜阴离子交换树脂，能溶解 Br^- 、 Cl^- 、 F^- 、 NO_3^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 和 SO_4^{2-} ，尺寸为 $4 \times 250\text{mm}$ 。

A4.3.8 保护栅，除尺寸为 $4 \times 50\text{mm}$ ，其余与分离栅一样，用以保护分离栅被粒子及有机物

污染。

A4.3.9 抑制栅，大容量的阳离子交换树脂，能与洗提液交换，把阴离子从它们的酸液中分离。

A4.3.10 喷头，至少 2ml 的容积，装有匹配的压力配件。

A4.4 试剂

A4.4.1 试剂的纯度——在所有实验中，应采用化学纯试剂。除非另有说明，所有试剂均应符合美国化学学会分析试剂委员会技术标准⁹，该协会提供这些标准。其他等级的试剂也可采用，但首先必须查明试剂的纯度高得足以在使用过程中不会降低测定精确度。

A4.4.2 去离子水或蒸馏水，在每一组元最小检测范围内避免干扰，经一个 0.2 μm 薄膜过滤器过滤，以防栅的掉入。

A4.4.3 洗提液，主要为碳酸钠和碳酸氢钠水溶液，即 0.003M NaHCO_3 和 0.0024M Na_2CO_3 ，把 1.008 g 的 NaHCO_3 和 1.0176 g 的 Na_2CO_3 溶入水中，稀释至 4L。

A4.4.4 再生液 1， H_2SO_4 1N，用于抑制器不再连续再生时。

A4.4.5 再生液 2， H_2SO_4 0.025 N，把 2.8 ml 浓 H_2SO_4 稀为 4L，或 100 ml 再生液 1 稀释为 4L，用这种再生液于连续再生纤维抑制器系统中。

A4.4.6 标准的阴离子溶液，是 1000mg/L。准备一系列标准的阴离子溶液，经称取一定量的盐，然后在 105℃ 干燥至恒量，溶成 1000 ml。把它倒入塑料瓶藏至冰箱中。这些溶液至少有一个月稳定期。

阴离子	盐	含量, g/l
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 混合标准工作溶液，高浓度溶液——10 ml 的 Cl^- 、 F^- 、 NO_3^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 标准溶液、1 ml 的 Br^- 溶液和 100 ml 的 SO_4^{2-} 标准溶液，混合稀释至 1000 ml，保存在塑料瓶中并避光照，它含有 Cl^- 、 F^- 、 NO_3^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 各 10 mg/L， Br^- 为 1 mg/L、 SO_4^{2-} 为 100 mg/L，每日准备新鲜的溶液。

A4.4.8 混合标准工作溶液，低浓度溶液——把 1.00 ml 高浓度标准工作溶液稀释成 1000 ml，然后在避光的塑料瓶中保存。它含有 Cl^- 、 F^- 、 NO_3^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 各 1.0 mg/L， Br^- 为 0.1 mg/L、 SO_4^{2-} 为 10 mg/L，每天准备新鲜的溶液。

A4.4.9 可更换的混合标准工作溶液——根据所要检测的阴离子浓度，准备合适的混合液。假如是不含有 NO_2^- 和 PO_4^{3-} 的混合标准工作溶液，稳定性在一个月左右。

A4.5 样品制备

A4.5.1 渗透剂，清洗剂，乳化剂，磁油

A4.5.1.1 将 50g 被检材料放入 150mm 的器皿中。

A4.5.1.2 将 150mm 器皿放入 194°F[90°C] 到 212°F[100°C] 炉中加热 60 分钟。

A4.5.1.3 将材料冷却到室温。

A4.5.2 溶剂清除剂

A4.5.2.1 测量铝盘的重量。

A4.5.2.2 称取 100g 的清除剂放入铝盘中

A4.5.2.3 将铝盘放在通风橱的加热板上

A4.5.2.4 蒸发材料直到铝盘接近干燥状态。

A4.5.2.5 将盘放入 194°F [90°C] 到 212°F[100°C] 得预先加热过的炉中保持 10 分钟。

A4.5.2.6 将盘从炉中取出并冷却。

A4.5.2.7 重新称量盘重并记录。

注 A4.3: 关于清除剂——如果剩余物小于 50 ppm，报告剩余物重量。如果重量大于 50 ppm，应采用爆炸工艺进行处理。

A4.6 分解程序

A4.6.1 弹体和试样准备——切取一段约 100 mm 长的引火线，然后卷盘中间段（约 20 mm），把两自由端头连接在接线端，把卷盘段放在试样杯一侧的上方，倒入 5 ml $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$ 溶液在氧弹内，盖上氧弹盖，使劲摇动 15 秒，使溶液分布在氧弹内表面。打开氧弹，把装满试样的试样杯放在支撑架上，在引火线和试样之间塞入一条短尼龙线，所用的试样不应超过 1g。假如试样是固态的，这时可加入几滴白油，以保证试样的引燃。

注 A4.4: 所用试样的重量中包含超过 20 mg 氯气，将引起氧弹被腐蚀。为避免这种现象，对于试样含氯为 2% 以上者，试样推荐重量如下：

氯含量，%	试样重，g	白油重，g
2~5	0.4	0.4

5~10	0.2	0.6
10~20	0.1	0.7
20~50	0.05	0.7

注意：试样和白油或其他无氟燃料的总重不要超过 1 g。

A4.6.2 氧的加入——把试样杯放在固定位置，调整好尼龙线或卷成条的棉绳，以其一端垂入试样，安装好氧弹并安全固紧弹盖，慢慢输入氧气（见注 A4.5），以免把试样从样杯中吹出，直至压力到达表 A4.1 所指出的数值。

注 A4.5：如果密封弹受过震动，跌落或倾斜，则不得充氧或点火。

A4.6.3 燃烧——把氧弹体浸在冷水池中，将接线柱连接到断开的电路上。闭合电路点燃试样。弹体在池中浸至少 10 分钟后取出。将压力慢慢地以均匀的速率释放，这一操作不应少于 1 分钟。打开弹体并检查里面的东西。如果有未烧完的油或烟灰沉积物的痕迹，则当放弃测定，并在再次投入使用前，彻底清洗弹体。

A4.6.4 溶液的收集——用干净的钳子钳出试样杯，用去离子水漂洗，洗出物经过滤加入 100 ml 容积的烧瓶中，从洗瓶成细液状倒出去离子水冲洗氧弹内壁，洗出物经过滤纸后加入烧瓶中，最后，加去离子水，把烧瓶内溶液加满至刻度。用部分该溶液作为离子色谱（IC）分析。

表 A4.1 表压

氧气瓶体积, ml	表压, atm (MPa)	
	最小 ^A	最大
300~350	38	40
350~400	35	37
400~450	30	32
450~500	27	29

^A 最小压力为了保证提供足够的氧以完全燃烧，最大压力是出于安全要求。

A4.7 程序

A4.7.1 系统平衡——打开离子色谱仪，调节洗提液流速接近于能取得图 A4.1 所示的分离曲线（约 2~3ml/min）。调节检测仪到要求的设置（通常 10 μ mho，让系统达到平衡（15~20 min）补偿值至洗提液导电率输出为零，调节纤维抑制器，使再生液速值保持稳定，通常为 2.5~3 ml/min。

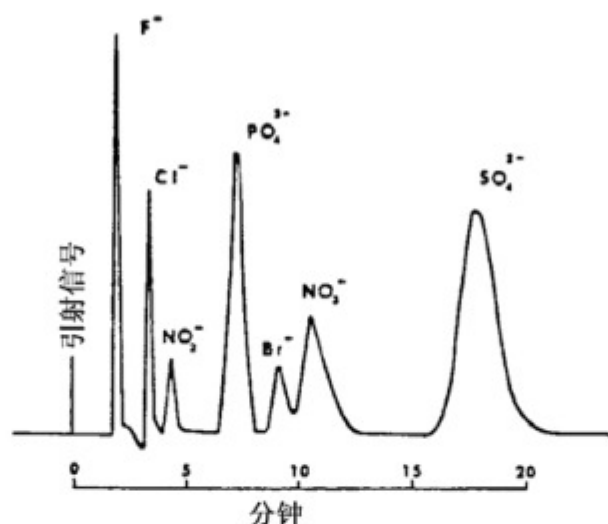


图 4.1 典型的阴离子分布曲线

A4.7.1.1 按制造厂家说明安装离子色谱仪。

A4.7.2 校准——喷入包含单个阴离子或混合离子的标准液，确定大致的保持时间，观察随条件变化时间变化情况。假如使用标准的洗提液及阴离子分离栅，保持时间总是以 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 、 Br^- 、 NO_3^- 和 SO_4^{2-} 顺序。每一阴离子测定至少要喷入三种不同浓度，根据输出峰高度及面积随浓度变化在坐标纸上建立一校准曲线。假如检测装置设置改变，需重新校准。当系统要求抑制装置重新更换， NO_2^- 和抑制装置的反应可能导致错误的 NO_2^- 结果。只有当抑制装置在同一消耗阶段并经标准化及频繁较准时才能进行这次测定。当抑制装置消耗且快速运转时，这种系统的水降效应（见注A4.5）可能出现轻微偏移，这将导致对 F^- 或 Cl^- 轻微的干扰。要消除这种干扰，分析按已知结果分类的标样；或以洗提液稀释试样，加入浓洗提液，在试样中以得到与洗提液同样浓度的 HCO_3^-/CO_3^{2-} ，从而消除水降效应。假如试样经过调整，所用标样及待定项需一致调整。

注 A4.5: 水降效应的出现是因为水在试样中的导电率比洗提液小的缘故（洗提液被水稀释）。

A4.7.2.1 假如一个已用检测仪的线性度设定好，适合于用单个标准来校准。记录峰的高度或面积或保持时间，用于校准系数F的计算。

A4.7.3 试样分析——取部分试样，假如必要的话，用一张清洗过的 $0.2\mu m$ 孔隙度的过滤膜过滤，用一个清洗过的1~10 ml容积注射器装上匹配的注射头，以适用于喷射试样或标样，喷射足够的试样注满试样环，需几倍于试样环0.1 ml的试样环至少喷射1 ml。合上装在喷射模上的离子色谱仪开关，在可拆式图表记录仪上记录峰的高度和保持时间。当最后一个峰（ SO_4^{2-} ）出现，电导率信号回到基线，可开始喷射另一种试样。

A4.7.4 再生——当抑制栅打开，导电率基线超过 $300\mu mho$ ，对系统无纤维抑制装置，需按照厂家的说明，以 $1 N H_2SO_4$ 再生。

A4.8 计算

A4.8.1 经相应的校准曲线，以 mg/L 为单位计算每一阴离子的浓度，也就是说，当响应结果以线性显示，用下面公式计算：

$$C=H \times F \times D$$

式中：

C=毫克阴离子/L；

H=峰的高度或面积；

F=响应系数——标样的浓度/标样的高度（或面积）；

D=稀释试样和稀释系数。

A4.9 精度和偏差

A4.9.1 加入普通阴离子的试样试剂经分析得 15 组实验数据，具体结果如表 A4.2 所示。

表 A4.2 阴离子在不同浓度试剂中观察到的精度和准确度

阴离子	加入量, mg/L	测量结果, mg/L	总体精度, mg/L	单项精度, mg/L	95%浓度明显 偏差水平 mg/L
F ⁻	0.48	0.49	0.05	0.03	无
F ⁻	4.84	4.64	0.52	0.46	无
Cl ⁻	0.76	0.86	0.38	0.11	无
Cl ⁻	17	17.2	0.82	0.43	无
Cl ⁻	455	471	46	13	无
NO ₂ ⁻	0.45	0.09	0.09	0.04	有, 负偏差
NO ₂ ⁻	21.8	19.4	1.9	1.3	有, 负偏差
Br ⁻	0.25	0.25	0.04	0.02	无
Br ⁻	13.7	12.9	1.0	0.6	无
PO ₄ ³⁻	0.18	0.10	0.06	0.03	有, 负偏差
PO ₄ ³⁻	0.49	0.34	0.15	0.17	有, 负偏差
NO ₃ ⁻	0.50	0.33	0.16	0.03	无
NO ₃ ⁻	15.1	14.8	1.15	0.9	无
SO ₄ ²⁻	0.51	0.52	0.07	0.03	无
SO ₄ ²⁻	43.7	43.5	2.5	2.2	无

更改摘要

E07委员会标示出自本规范前一版(E165-09)影响本标准使用的部分,并作了更改(2012年6月15日批准)。

- (1) 新增 A2.5、A3.4、A4.5。
- (2) 修订 1.4、注 11、8.9.1.1 和 8.9.2。