



Designación: E165/E165M – 18

## Practica Estándar Para la Prueba Por Líquidos Penetrantes Para la Industria<sup>1</sup> En General

Esta estándar se expide con la designación fija E165 / E165M; el número inmediatamente después de la designación indica el año de adopción original o, en el caso de la revisión, el año de la última revisión. Un número entre paréntesis indica el año de la última re-aprobación. Una épsilon en superíndice (') indica un cambio editorial desde la última revisión o nueva aprobación.

### 1. Alcance\*

Esta práctica<sup>2</sup> cubre los procedimientos para el examen por líquidos penetrantes de materiales. La prueba por líquidos penetrante es un método de prueba no destructiva para detectar discontinuidades que están abiertas a la superficie, tales como grietas, costuras, solapes, pliegues fríos, contracciones, laminaciones, fugas a través, o falta de fusión y es aplicable en examinación de mantenimiento en proceso y final. Puede ser utilizado efectivamente en la examinación de materiales no porosos, metálicos, ferrosos y metales no ferrosos, y de materiales no metálicos tales como cerámicas esmaltadas o totalmente densificadas no porosas, así como también ciertos plásticos no porosos, y vidrio.

### 1.2 Esta Práctica También Proporciona una Referencia:

1.2.1 Por el cual se realiza un proceso de examinación de un líquido penetrante recomendado o requerido por organizaciones individuales que puede ser revisado para determinar su aplicabilidad y exhaustividad.

1.2.2 Para uso en la preparación de especificaciones de proceso y procedimientos relacionados con la prueba de líquidos penetrantes en piezas y materiales. Acuerdo por parte del cliente que solicita la prueba por líquidos penetrantes la prueba es muy recomendable. Todas las áreas de esta práctica pueden estar abierta a un acuerdo entre la organización de ingeniería competente y el proveedor, o dirección específica de la organización de la ingeniería competente.

1.2.3 Para usar en la organización de instalaciones y el personal preocupado por la prueba de líquidos penetrantes.

1.3 Esta práctica no indica ni sugiere criterios para la evaluación de las indicaciones obtenidas mediante las pruebas por líquidos penetrantes. Eso debe señalarse, sin embargo, después que las indicaciones hayan sido encontradas, deben ser interpretadas o clasificadas y luego evaluadas. Para este propósito debe haber un código separado, estándar, o un acuerdo específico para definir el tipo, tamaño, ubicación y dirección de las indicaciones consideradas aceptables. y los considerados inaceptables.

Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)

1.4 Unidades: los valores indicados en cualquier sistema de unidades SI o en libras-pulgadas van a ser consideradas como estándar por separado. Los valores indicados en cada sistema pueden no ser exactamente equivalentes; sin embargo, cada sistema deberá ser usado independientemente de los otros valores que combinan los dos sistemas en no conformidad con la estándar.

<sup>1</sup>Esta práctica está bajo la jurisdicción del comité de la ASTM en pruebas no destructivas y es la responsable directa del Subcomité E07.03 en Métodos de Líquidos Penetrantes y Partículas Magnetizables.

La Edición actual aprobada de nov. 15, 2018. Publicada en enero. Originalmente se aprobó en 1960. La última edición previa aprobada en 2012 como E165/E165M – 12.

DOI: 10.1520/E0165M-18.

<sup>2</sup> Para aplicaciones del Código de Calderas y Recipientes a Presión ver Métodos de Pruebas SE-165 en el Código.

*1.5 Esta estándar no pretende referirse a todos los problemas de seguridad, si los hay, asociados con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta estándar para establecer prácticas de seguridad, salud y medio ambiente y determinar la aplicabilidad de las limitaciones reglamentarias antes de su uso.*

*1.6 Esta estándar internacional se desarrolló de acuerdo con los principios internacionalmente reconocidos sobre normalización establecidos en la Decisión sobre Principios para la Desarrollo de normas Internacionales, Guías y Recomendaciones emitidas por el Comité de Obstáculos Técnicos al Comercio (OTC) de la Organización Mundial del Comercio*

## 2. Documento Referenciados

### 2.1 ASTM Estándares:<sup>3</sup>

**D129** Método de prueba para azufre en productos petrolíferos (General Método del dispositivo de descomposición a alta presión)

**D329** Especificación para acetona

**D770** Especificación para Alcohol Isopropílico

**D808** Método de Prueba para el Cloro en Productos Petrolíferos Nuevo y Usado (Método del dispositivo de Descomposición a alta presión).

**D1193** Especificación de Agua Reactiva

**D1552** Método de Prueba para Azufre en Productos Derivados del Petróleo por Combustión a Alta Temperatura y Detección de Infrarrojos (IR). o Detección de Conductividad Térmica (TCD)

**D4327** Método de prueba para Aniones en Agua mediante Cromatografía Iónica Suprimida.

**E433** Fotografías de Referencias para Inspección Por Líquidos Penetrantes

**E516** Practica de Prueba de Detectores para la Prueba de Conductividad Térmica Usado en la Cromatografía de Gas.

**E543** Especificaciones para Agencias que Realizan Pruebas No Destructivas.

**E1208** Practica Para la Prueba de Líquidos Penetrantes Fluorescentes que usan Proceso de Post Emulsificación Lipofílica.

Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)

**E1209 Practica para la Prueba de Líquidos Penetrantes Fluorescentes que Usan Proceso Lavable con Agua.**

<sup>3</sup> Para Estándares ASTM referenciadas, visitar el sitio web ASTM, [www.astm.org](http://www.astm.org), o contactar los servicios de los clientes ASTM@astm.org. Para información sobre el volumen libro anual Estándar ASTM, referirse a la página del Resumen del Documento de la estándar en el sitio web ASTM.

**E1210 Practica para la Prueba por Líquidos Penetrantes Fluorescentes que Usan Proceso con Post Emulsificación Hidrofílico.**

**E1219 Practica para la Prueba por Líquidos Penetrantes Fluorescentes que Usan Proceso de Remoción con Solvente**

**E1220 Practica Para la Prueba por Líquidos Penetrantes Visibles que Usan Proceso de Remoción con Solvente.**

**E1316 Terminología Para las Examinaciones No Destructivas**

**E1418 Practica Para la Prueba de Líquidos Penetrantes Visibles que Usan el Proceso Lavable con Agua.**

**E2297 Guía para el uso Fuentes y medidores de Luz Visible y Ultravioleta-A Usados en los Métodos de Líquidos Penetrantes y Partículas Magnetizables.**

**E3022 Practica Para la Medición de las Características y Requerimientos Para las Lámparas LED UV-A Usadas en las Pruebas de Líquidos Penetrantes Fluorescentes y Partículas Magnetizables.**

**2.2 Estándares ASNT :<sup>4</sup>**

**SNT-TC-1A Practica Recomendada Para la Calificación y Certificación del Personal de Pruebas No Destructivas.**

**ANSI/ASNT CP-189 Estándar para la Calificación y Certificación del Personal de Pruebas No Destructivas.**

**2.3 Estándar ISO:<sup>5</sup>**

**ISO 9712 Prueba No Destructiva – Calificación y Certificación de Personal en PND, Principios Generales**

**2.4 Estándar APHA :<sup>6</sup>**

**429 Método para la Examinación de Agua y Aguas Residuales.**

**2.5 Estándar AIA:<sup>7</sup>**

**NAS-410 Certificación y Calificación d Personal de Pruebas No Destructivas.**

**2.6 Estándar SAE:<sup>8</sup>**

**AMS 2644 Material de Inspección por Líquidos Penetrantes**

**QPL-AMS-2644 Productos Calificados de Materiales de Inspección por Líquidos Penetrantes.**

**3. Terminología**

3.1 Las definiciones relativas a la prueba de penetrante de líquidos que figuran en la Terminología E1316, se aplicará a los términos utilizado en esta práctica.

Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía,wmendozaws@gmail.com

NOTA 1 — A lo largo de esta práctica, el término luz negra ha sido cambiado a UV-A para cumplir con lo más reciente en terminología E1316. La Luz Negra puede significar una amplia gama de radiación ultravioleta - La prueba por Líquidos Penetrantes fluorescente utiliza solo luz UV-A.

#### **4. Resumen de la Práctica**

4.1 El penetrante líquido puede consistir en material visible o fluorescente. El penetrante líquido se aplica uniformemente sobre la superficie siendo examinada y se le permite entrar en discontinuidades abiertas. Después de un tiempo de permanencia adecuado, el exceso de penetrante en la superficie es eliminado. Luego se aplica un revelador para extraer el penetrante atrapado fuera de la discontinuidad y colorear el revelador. Luego la superficie de la prueba es examinada para determinar la presencia o ausencia de indicaciones.

NOTA 2: El revelador puede omitirse por acuerdo entre las partes contractuales.

NOTA 3 : La examinación por Líquidos Penetrantes Fluorescentes no debe seguir una examinación de Líquidos Penetrantes Visibles a menos que el procedimiento haya sido calificado de acuerdo con 10.2, porque los tintes visibles pueden causar deterioro o temple de los tintes fluorescentes.

4.2 Parámetros de procesamiento, tales como limpieza previa de la superficie, tiempo de permanencia del penetrante y métodos de eliminación del exceso de penetrante, dependen de los materiales específicos utilizados, la naturaleza de la parte bajo examen (es decir, tamaño, forma, condición de la superficie, aleación), y tipo de discontinuidades esperadas.

#### **5. Significado y Uso**

5.1 Los métodos de prueba de líquidos penetrantes indican la presencia, ubicación y, hasta cierto punto, la naturaleza y magnitud de las discontinuidades detectadas. Cada uno de los diversos métodos de líquidos penetrantes han sido diseñados para usos específicos tales como artículos de servicios críticos, volumen de piezas, portabilidad o áreas localizadas de la examinación. El método seleccionado dependerá en consecuencia de los requisitos de diseño y servicio de las piezas o materiales que están siendo sometidos a la prueba.

#### **6. Clasificación de los Materiales y Métodos de Líquidos Penetrantes.**

6.1 Los métodos y materiales de la prueba por líquidos penetrantes se clasifican de acuerdo con AMS 2644 como se indica en la Tabla 1.

6.2 La prueba de penetración fluorescente (Tipo I): la prueba de líquido penetrante fluorescente utiliza penetrantes que emiten una fluorescencia brillante cuando se excitan con la radiación UV-A. La sensibilidad de los líquidos penetrantes fluorescentes depende de su capacidad de ser retenido en los diversos tamaños de discontinuidades durante el procesamiento, para luego sangrar sobre el recubrimiento del revelador y producir las indicaciones que emitirán la fluorescencia. Las indicaciones fluorescentes son muchas veces más brillantes que las de su entorno cuando se observan con la iluminación UV-A adecuada.

6.3 Prueba de líquido penetrante visible (tipo II): La prueba de líquido penetrante visible utiliza un penetrante que se puede ver en la luz visible. El penetrante por lo general es rojo, a fin que las indicaciones resultantes produzcan un contraste definitivo con el fondo blanco del revelador. Las indicaciones del penetrante visible deben ser vistas bajo luz visible.

Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)

## 7. Materiales

7.1 Los materiales de prueba de líquidos penetrantes consisten en penetrantes fluorescentes o visibles, emulsificadores (a base de aceite y a base de agua), removedores (agua y solvente), y reveladores (Polvo seco, acuoso y no acuoso). Una familia de líquidos penetrantes. Los materiales de prueba consisten en el líquido penetrante aplicable y el Emulsificador, según lo recomendado por el fabricante. Cualquier líquido penetrante, removedor y revelador enumerados en QPL-AMS-2644 puede ser utilizado, independientemente del fabricante. Los Penetrantes y los emulsificadores deberán ser de la misma familia; el uso de un penetrante y emulsificadores de diferentes fabricantes o grupos familiares está prohibido.

**TABLA 1 Clasificación de los Tipos y Métodos de Pruebas por Líquidos Penetrantes**

<b>Prueba de Líquido Penetrante Fluorescente – Tipo I</b>	
<b>Método A</b>	<b>Lavable con Agua (Ver Practica E1209)</b>
<b>Método B</b>	<b>Post Emulsificables – Lipofílico (Ver Practica E1208)</b>
<b>Método C</b>	<b>Removible con Solvente – (Ver Practica E1219)</b>
<b>Método D</b>	<b>Post Emulsificables, Hidrofílico – (Ver Practica E1210)</b>
<b>Prueba de Líquido Penetrante Visible – Tipo II</b>	
<b>Método A</b>	<b>Lavable con Agua (Ver Practica E1418)</b>
<b>Método C</b>	<b>Removible con Solvente (Ver Practica E1220)</b>

<sup>4</sup> Disponible de la American Society for Nondestructive Testing (ASNT), P.O. Box 28518, 1711 Arlingate Ln., Columbus, OH 43228-0518, <http://www.asnt.org>.

<sup>5</sup> Disponible de la American National Standards Institute (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036, <http://www.ansi.org>.

<sup>6</sup> Disponible de la American Public Health Association, Publication Office, 1015 Fifteenth Street, NW, Washington, DC 20005.

<sup>7</sup> Disponible de la Aerospace Industries Association of América, Inc. (AIA), 1000 Wilson Blvd., Suite 1700, Arlington, VA 22209-3928, <http://www.aia-aerospace.org>.

<sup>8</sup> Disponible de la Society of Automotive Engineers (SAE), 400 Commonwealth Dr., Warrendale, PA 15096-0001, <http://www.sae.org>.

NOTA 4—Referirse a 9.1 para requisitos especiales de azufre, halógeno y contenido de metales alcalinos.

NOTA 5: Si bien los materiales de líquidos penetrantes aprobados no afectarán de manera adversa a los materiales metálicos comunes, algunos penetrantes pueden inflar o teñir algunos plásticos o gomas.

## 7.2 Penetrantes:

7.2.1 Los Penetrantes Post- Emulsificables son insolubles en agua y no pueden ser eliminados con agua sola. Son formulados para ser eliminados selectivamente de la superficie usando un emulsificador por separado. Aplicados de manera apropiada y dado un tiempo de Emulsificación apropiado, el emulsificador se combina con el exceso del penetrante de la superficie para formar una mezcla lavable con agua, la cual puede ser enjuagada de la superficie, dejando la misma libre de excesivo fondo fluorescente. El tiempo de Emulsificación apropiado debe ser establecido y mantenido de manera experimental para garantizar que la sobre-Emulsificación no resulte en pérdidas de indicaciones.

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

7.2.2 Los Penetrantes Lavables con Agua son formulados para ser directamente lavable con agua de la superficie de las partes, después de un tiempo de permanencia apropiado. Debido a que el emulsificador esta formulado en el penetrante, los penetrantes lavables con agua pueden ser sacado fuera de las discontinuidades si el paso de enjuague es demasiado prolongado o demasiado vigoroso. Es por lo tanto extremadamente importante ejercitar un control apropiado en la remoción del exceso de penetrante de la superficie para asegurarse contra el sobre-lavado. Algunos penetrantes son menos resistentes al sobre-lavado que otros, se debe tener precaución.

7.2.3 Los Penetrantes Removibles con solvente son formulados para que el exceso de penetrante de la superficie pueda ser eliminado con un trapo hasta que la mayoría del penetrante haya sido eliminado. Las trazas remanentes deberían ser eliminadas humedeciendo el trapo con solvente (ver **8.6.8**). Para evitar eliminar el penetrante de las discontinuidades, se debe tener cuidado de evitar el uso de solvente excesivo. Lavar la superficie con solvente está prohibido porque las indicaciones pudieran fácilmente ser sacadas fuera de la superficie.

### **7.3 Emulsificadores**

7.3.1 Los Emulsificadores Lipofílicos son líquidos miscibles en aceite usados para emulsificar el penetrante post-emulsificado sobre la superficie de las partes, haciéndolo lavable con agua. Las características individuales del emulsificador y del penetrante, y la geometría y rugosidad de la superficie del material de la pieza contribuyen en determinar el tiempo de Emulsificación.

7.3.2 Emulsificadores Hidrofílico son líquidos miscibles en agua usados para emulsificar el exceso del penetrante post-emulsificado sobre la superficie de las partes, haciéndolo lavable con agua. Estos emulsificadores a base agua (removedores de tipo detergente) se suministran como concentrados para ser diluidos en agua y utilizados como una inmersión o rociado. La concentración, el uso y el mantenimiento deben estar de acuerdo con las recomendaciones del fabricante.

7.3.2.1 Los emulsificadores Hidrofílico funcionan desplazando el exceso de la película del penetrante de la superficie de la pieza a través de la acción detergente. La fuerza del rociado de agua o la agitación de aire/mecánica en un tanque de inmersión abierto proporciona la acción de lavado, mientras que el detergente desplaza la película del penetrante de la superficie de la pieza. Las características individuales del emulsificador y del penetrante, y la geometría y rugosidad de la superficie del material de la pieza contribuyen a determinar el tiempo de Emulsificación. La concentración de la Emulsificación deberá ser monitoreada semanalmente utilizando un refractómetro adecuado

**7.4 Removedores de Solventes:** los removedores de solventes funcionan al disolver el penetrante, lo que hace posible limpiar la superficie con un trapo y dejarlo libre de exceso de penetrante.

**7.5 Reveladores:** los reveladores forman un recubrimiento absorbente blanco o translúcido que ayuda a sacar el penetrante fuera de las discontinuidades superficiales a través de la acción capilar inversa, lo que aumenta la visibilidad de las indicaciones.

7.5.1 Reveladores de polvo seco: los reveladores de polvo seco se utilizan tal como se suministran, es decir, polvo no apelmazante de flujo libre (ver **8.8.1**). Se debe tener cuidado de no contaminar el revelador con un penetrante fluorescente, ya que las motas del revelador contaminadas pueden aparecer como indicaciones de penetrante.

7.5.2 Reveladores Acuoso: los reveladores acuosos se suministran normalmente como partículas de polvo seco para ser suspendidos (suspendibles en agua) o disueltos (solubles en agua) en agua. La concentración, el uso y el mantenimiento deberán estar de acuerdo con las recomendaciones del fabricante. Los reveladores solubles en agua no deberán ser usados con penetrantes del Tipo II o con penetrantes del tipo I, Método A.

NOTA 6 — Los reveladores acuosos pueden causar la eliminación de las indicaciones si no se aplican y controlan adecuadamente. El procedimiento debe ser calificado de acuerdo con **10.2**.

7.5.3 Reveladores Húmedos no Acuoso — Los Reveladores Húmedos no Acuoso se suministran como suspensiones de partículas de revelador en un solvente portador no acuoso listo para usar tal como se suministra. Los reveladores húmedos no acuosos se pulverizan para formar una capa delgada sobre la superficie de la pieza cuando se seca. Esta fina capa sirve como el medio de revelado.

NOTA 7: este tipo de revelador está diseñado para ser aplicado por pulverización solamente.

7.5.4 Los reveladores de películas líquidas son soluciones o suspensiones coloidales de resinas/polímero en un portador adecuado. Estos reveladores formarán un revestimiento transparente o translúcido en la superficie de la pieza. Ciertos tipos de revelador de películas pueden ser eliminados de la pieza y retenido para propósitos de registro (ver **8.8.4**).

## **8. Procedimiento**

8.1 Los siguientes parámetros de procesamiento se aplican tanto a métodos de prueba de líquidos penetrantes fluorescentes y visibles.

**8.2 Límites de Temperatura:** la temperatura de los materiales penetrantes y la superficie de la pieza a procesar deberán estar entre 4 ° y 52 ° C [40 ° y 125 ° F] o el procedimiento debe ser calificado a la temperatura utilizada como se describe en **10.2**.

**8.3 Secuencia de Examen:** el examen final con penetrante se realizará después de completar todas las operaciones que podrían causar discontinuidades conectadas a la superficie u operaciones que podrían exponer discontinuidades que no se hayan abierto previamente a la superficie. Tales operaciones incluyen, pero no se limitan a, esmerilado, soldadura, enderezado, mecanizado y tratamiento térmico. Por lo general, se pueden obtener resultados satisfactorios de la examinación en las superficies soldadas, laminadas, fundidas, forjadas o cerámicas en condición densificadas.

8.3.1 Tratamiento de la superficie: Se pueden realizar pruebas de penetración final antes de los tratamientos que pueden manchar la superficie, pero no por sí solos causan

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

discontinuidades superficiales. Tales tratamientos incluyen, entre otros, chorro de vapor, desbarbado, lijado, pulido, chorro de arena o lapeado. El desempeño de la prueba final de líquidos penetrantes después de tales tratamientos de superficie requiere que las partes sean atacadas con ácido para eliminar el metal manchado de la superficie antes de la prueba, a menos que las partes contratantes acuerden lo contrario. Tenga en cuenta que las pruebas finales de líquidos penetrantes siempre preceden al pelado de la superficie.

NOTA 8: El chorro de arena o granallado puede cerrar las discontinuidades, por lo que se debe tener extremo cuidado de evitar enmascarar las discontinuidades. Bajo ciertas circunstancias, el granallado con ciertas presiones de aire y/o los medios pueden ser aceptables sin ataque con ácido posterior cuando así lo convengan las partes contratantes.

NOTA 9: La preparación de las superficies de cerámicos estructurales o electrónicos para la prueba con líquidos penetrantes mediante esmerilado, chorro de arena, y ataque con ácido no se recomiendan por el daño potencial.

**8.4 Limpieza Previa:** El éxito de cualquier procedimiento de prueba de penetrante depende en gran medida de que la superficie circundante y la discontinuidad estén libres de cualquier contaminante (sólido o líquido) que pueda interferir con el proceso del líquido penetrante. Todas las partes o áreas de las partes a examinar deben estar limpias y secas antes de aplicar el líquido penetrante. Si solo se debe examinar una sección de una pieza, tal como una soldadura, incluyendo la zona afectada por el calor que va a ser examinada, todos los contaminantes deberán ser eliminados del área que se va a examinar según lo definido por las partes contratantes. "Limpio" significa que la superficie debe estar libre de óxido, incrustaciones, fundente de soldadura, salpicaduras de soldadura, grasa, pintura, películas aceitosas, suciedad, etc., que puedan interferir con el proceso de líquido penetrante. Todos estos contaminantes pueden evitar que el penetrante entre en las discontinuidades. (Ver Anexo sobre Limpieza de Piezas y Materiales).

**8.4.1 Secado después de la limpieza:** es esencial que la superficie de las piezas se seque completamente después de la limpieza, ya que cualquier residuo líquido dificultará la entrada del penetrante en las discontinuidades. El secado se puede lograr calentando las piezas en hornos de secado, con lámparas infrarrojas, aire caliente forzado o la exposición a la temperatura ambiente.

NOTA 10: Los residuos de los procesos de limpieza, tales como álcalis fuertes, soluciones de decapado y cromatos, en particular, pueden reaccionar adversamente con el penetrante y reducir su sensibilidad y rendimiento.

**8.5 Aplicación de Penetrante:** después de que la parte se haya limpiado, secado y se encuentre dentro del rango de temperatura especificado, el penetrante es aplicado a la superficie a examinar, de modo que toda la parte o área bajo examinación esté completamente cubierta con el penetrante. Los métodos de aplicación incluyen inmersión, con brocha, inundación o pulverización. Las piezas pequeñas se colocan a menudo en cestas adecuadas y se sumergen en un tanque de penetrante. En las partes más grandes, y en aquellas con geometrías complejas, el penetrante se puede aplicar de manera efectiva mediante brochas o pulverización. Tanto las pistolas pulverizadoras convencionales como las electrostáticas son medios efectivos para aplicar los penetrantes líquidos a las

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

superficies de las piezas. No todos los materiales penetrantes son adecuados para aplicaciones de pulverización electrostática, por lo que las pruebas deben realizarse antes de su uso. La aplicación de pulverización electrostática puede eliminar el exceso de líquido penetrante que se acumula en la pieza, minimizar el exceso de pulverización y minimizar la cantidad de penetrante que ingresa a los pasajes de núcleo hueco que pueden servir como depósitos de penetrantes, lo que causa graves problemas de sangrado durante el examen. Los aerosoles son convenientemente portátiles y apropiados para aplicaciones locales.

NOTA 11: con las aplicaciones de rociado, es importante que haya una ventilación adecuada. Esto generalmente se logra mediante el uso de una cabina de pulverización y un sistema de escape diseñados adecuadamente.

8.5.1 Tiempo de permanencia del líquido penetrante: después de la aplicación, permita que el exceso de penetrante se drene de la parte (se debe tener cuidado evitar que se formen charcos de líquido penetrante en la parte), mientras se permite un tiempo de permanencia apropiado del líquido penetrante (consulte la **Tabla 2**). El tiempo que el penetrante debe permanecer en la parte para permitir una penetración adecuada debe ser según lo recomendado por el fabricante del penetrante. Sin embargo, la **Tabla 2**, sin embargo, proporciona una guía para la selección de los tiempos de permanencia del penetrante para una variedad de materiales, formas y tipos de discontinuidades. El tiempo máximo de permanencia no excederá a lo recomendado por el fabricante; si no se proporciona un máximo, el tiempo máximo de espera no deberá exceder las 2 h, a menos que se vuelva a aplicar el penetrante según sea necesario.

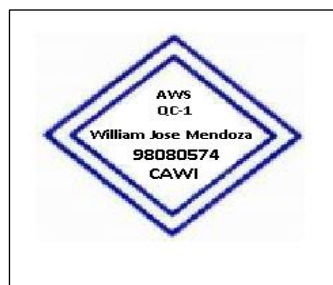
## 8.6 Remoción Penetrante

8.6.1 Lavable con Agua (Método A):

8.6.1.1 Eliminación del penetrante lavable con agua: después del tiempo de permanencia requerido del líquido penetrante, el exceso de penetrante en la superficie que se examina debe eliminarse con agua. Se puede quitar manualmente con un rocío grueso o limpiando la superficie de la pieza con un trapo humedecido, con un equipo automático o semiautomático de pulverización con agua, o mediante inmersión en agua. Para el enjuague por inmersión, las piezas se sumergen completamente en el baño de agua con aire o agitación mecánica.

(a) La temperatura del agua se mantendrá dentro del rango de 50 ° a 100 ° F [10 ° a 38 ° C].

(b) La presión del agua de enjuague por aspersion no debe exceder 40 psi [275 kPa]. Cuando se usan pistolas rociadoras de presión hidro-aérea, la presión de aire no debe exceder 25 psi [172 kPa].



Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)

TABLA 2- Tiempo de Permanencia Mínimos Recomendados

Material	Forma	Tipos de Discontinuidad	Tiempo de Permanencia <sup>A</sup> (minutos)	
			Penetrante <sup>B</sup>	Revelador <sup>C</sup>
Aluminio, Magnesio, Acero, Latón y Bronce, Titanio y Aleaciones a alta temperatura	Fundiciones y soldaduras	Pliegues fríos, porosidad, falta de fusión, grietas (todas las formas)	5	10
		Solapes, grietas (todas las formas)	10	10
Herramientas con punta de carburos	Materiales forjados, estrucciones, forjas, planchas	Falta de fusión, porosidad, grietas	5	10
Plástico	Todas las formas	grietas	5	10
Vidrio	Todas las formas	grietas	5	10
Cerámica	Todas las formas	grietas, porosidad	5	10

<sup>A</sup> Para un Rango de temperaturas desde 50°F hasta 125°F [10° a 52 °C]. Para temperaturas de entre 40° y 50°F [4.4° y 10 °C], se recomienda un mínimo de tiempo de permanencia de 20 minutos.

<sup>B</sup> El tiempo máximo de permanencia en concordancia con **8.5.1**.

<sup>C</sup> El tiempo de revelado empieza tan pronto como la capa de revelador húmedo se ha secado en la superficie de las partes (mínimo recomendado). El tiempo de revelado Máximo en concordancia con **8.8.5**.

NOTA 12: debe evitarse el sobrelavado. El lavado excesivo puede hacer que el penetrante sea sacado de las discontinuidades; las boquillas de rociado deben mantenerse a un mínimo de 12 pulg. [30 cm] de la superficie cuando no existen limitaciones físicas. Con los métodos de líquidos penetrantes fluorescentes, realizar la operación de enjuague manual con luz UV-A para poder determinar cuándo el penetrante ha sido eliminado adecuadamente de la superficie.

### 8.6.2 Emulsificación Lipofílica (Método B):

8.6.2.1 Aplicación del emulsificador lipofílico: después del tiempo de permanencia requerido del penetrante, el exceso de líquido penetrante sobre la pieza debe emulsionarse sumergiendo o inundando las piezas con el emulsificador requerido (el emulsificador se combina con el exceso de líquido penetrante sobre la superficie y hace que la mezcla sea removible mediante enjuague de agua). El emulsificador lipofílico no deberá ser aplicado con aerosol o brocha y la pieza o emulsificador no deben agitarse mientras se está sumergiendo. Después de la aplicación del emulsificador, las piezas se deben drenar y colocar de una manera que evite que el emulsificador se acumule en la (s) parte (s).

8.6.2.2 Tiempo de Emulsificación: El tiempo de Emulsificación comienza tan pronto como se aplica el emulsificador. El tiempo durante el cual se deja que el emulsificador permanezca en una pieza y en contacto con el penetrante depende del tipo de emulsificador empleado y de la rugosidad de la superficie. El tiempo de Emulsificación nominal debe ser según lo recomendado por el fabricante. El tiempo de Emulsificación real debe determinarse experimentalmente para cada aplicación específica. El acabado superficial (rugosidad) de la pieza es un factor importante en la selección y del tiempo de la Emulsificación de un emulsificador. El tiempo de contacto se debe mantener en el tiempo mínimo para obtener un fondo aceptable y no deberá exceder los 3 minutos.

Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)

8.6.2.3 Enjuague posterior: El enjuague posterior efectivo del penetrante emulsificado de la superficie se puede realizar mediante inmersión en agua manual, semiautomática o automatizada, o equipo de rociado o combinaciones de los mismos.

8.6.2.4 Inmersión: para el enjuague posterior a la inmersión, las piezas se sumergen completamente en el baño de agua con aire o agitación mecánica. La cantidad de tiempo que la pieza está en el baño debe ser el mínimo requerido para eliminar el penetrante emulsificado. Además, el rango de temperatura del agua debe ser de 50 a 100 ° F [10 a 38 ° C]. Cualquier enjuague de retoque necesario después de un enjuague de inmersión deberá cumplir con los requisitos de **8.6.2.5**.

8.6.2.5 Enjuague posterior a la pulverización: El enjuague efectivo posterior después de la Emulsificación también se puede lograr con un enjuague por rocío de agua manual o automático. La temperatura del agua deberá estar entre 50 y 100°F [10 y 38°C]. La presión del rociado de agua no debe exceder 40 psi [275 kPa] cuando se usan pistolas de rociado manuales. Cuando se usan pistolas rociadoras de presión hidro-aérea, la presión de aire no debería exceder 25 psi [172 kPa].

8.6.2.6 Efectividad del enjuague: Si la etapa de Emulsificación y enjuague final no es efectiva, como lo demuestra el penetrante de la superficie residual excesiva después de la Emulsificación y el enjuague; Reclinar completamente y reprocesar completamente la pieza.

### **8.6.3 Emulsificación Hidrofílico (Método D):**

8.6.3.1 Aplicación del removedor Hidrofílico: después del tiempo de permanencia del penetrante requerido, las partes pueden pre-enjuagarse con agua antes de la aplicación del emulsionante Hidrofílico. Este pre-enjuague permite eliminar el exceso de líquido penetrante de la superficie de las partes antes de la Emulsificación para minimizar la contaminación del penetrante en el baño de emulsionante Hidrofílico, lo que prolonga su vida útil. No es necesario pre-enjuagar una pieza si se utiliza una aplicación de emulsificador mediante aerosol.

8.6.3.2 Controles del pre-enjuague: El pre-enjuague efectivo se logra mediante el enjuague de la pieza (s) con rociado de agua manual, semiautomático o automatizado. La presión de agua rociada no deberá exceder los 40 psi [275 kPa] cuando se usan pistolas de rociado de aire o manuales. Cuando se usan pistolas rociadoras de presión hidro-aérea, la presión de aire no deberá exceder los 25 psi [172 kPa]. El agua libre de contaminantes que podrían obstruir las boquillas de rociado o dejar un residuo en la (s) parte (s) es recomendada.

8.6.3.3 Aplicación de emulsificador: El líquido penetrante residual sobre la superficie de la (s) parte (s) se debe emulsionar sumergiendo la (s) parte (s) en un baño de emulsificador Hidrofílico agitado o rociando la (s) parte (s) con soluciones de agua/emulsionante, lo que hace que el resto del penetrante permanezca sobre de la superficie lavable con agua para la estación de enjuague final. El tiempo de Emulsificación comienza tan pronto como se aplica el emulsificador. La cantidad de tiempo que se le permite al emulsificador permanecer en una pieza y en contacto con el líquido penetrante es dependiente del tipo de emulsificador empleado y la rugosidad superficial. El tiempo de Emulsificación debería

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía,wmendozaws@gmail.com**

determinarse experimentalmente para cada aplicación específica. El acabado de la superficie (rugosidad de la pieza) es un factor importante para determinar el tiempo de Emulsificación necesario para un emulsificador. El tiempo de Emulsificación en contacto debe mantenerse en el menor tiempo posible, de manera consistente con un fondo aceptable, y no debe exceder de 2 minutos.

(a) Inmersión: Para la aplicación por inmersión, las piezas deberán sumergirse completamente en el baño del emulsificador. La concentración de emulsificador Hidrofílico será la recomendada por el fabricante y el baño o la pieza deben agitarse suavemente con aire o mecánicamente durante todo el ciclo. Se utilizará el tiempo mínimo para obtener un fondo aceptable, pero el tiempo de permanencia no deberá ser superior a 2 minutos, a menos que sea aprobado por las partes contratantes.

(b) Aplicación de rociado: Para aplicaciones por rociado, todas las superficies de las piezas deberían rociarse igualmente y uniforme con una solución de agua/emulsificador para emulsionar eficazmente el penetrante residual en las superficies de las piezas para hacerlo lavable con agua. La concentración del emulsificador para la aplicación por rociado debería estar de acuerdo con las recomendaciones del fabricante, pero no debe exceder el 5%. La presión de pulverización de agua debería ser menor de 40 psi [275 kPa]. El contacto con el emulsificador se debe mantener en el tiempo mínimo para obtener un fondo aceptable y no debe exceder los 2 minutos. La temperatura del agua se mantendrá entre 50° y 100 ° F [10° y 38 ° C].

#### 8.6.3.4 Post-enjuague de emulsificadores Hidrofílico

Penetrantes: el enjuague posterior efectivo del líquido penetrante emulsificado de la superficie se puede realizar mediante pulverización de agua manual o automática, inmersión en agua o combinaciones de las mismas. El tiempo total de enjuague no debe exceder los 2 minutos, independientemente del número de métodos de enjuague utilizados.

(a) Inmersión Posterior al Enjuague: Si se usa un enjuague de inmersión por agitación, la cantidad de tiempo que las partes están en el baño deberán estar el mínimo requerido para eliminar el líquido penetrante emulsificado y no deberá exceder de 2 minutos. Además, el rango de temperatura del agua deberá estar dentro de 50 y 100°F [10 y 38 °C]. Tenga en cuenta que puede ser necesario un enjuague de retoque después del enjuague de inmersión, pero el tiempo total de lavado no deberá exceder de 2 minutos.

(b) Enjuague Posterior al rociado: El enjuague posterior efectivo después de la Emulsificación también se puede lograr mediante rociado de agua manual, semiautomático o automático. La presión del rociado de agua no deberá exceder los 40 psi [275 kPa] cuando se usan pistolas de rociado de aire o manuales. Cuando se usan pistolas rociadoras de presión hidroaérea, la presión de aire no debe exceder 25 psi [172 kPa]. La temperatura del agua debe estar entre 50 y 100 ° F [10 y 38 ° C]. El tiempo de enjuague por rociado debe ser inferior a 2 minutos, a menos que se especifique lo contrario.

8.6.3.5 Efectividad del Enjuague: Si los pasos de la Emulsificación y enjuague final no son efectivos, como lo demuestra el penetrante residual excesivo sobre la superficie después de la Emulsificación y el enjuague, vuelva a limpiar completamente y vuelva a procesar la pieza por completo.

**8.6.4 Eliminación del Penetrante Removible con Solvente (Método C):** Después del tiempo de permanencia requerido del penetrante, el exceso de penetrante se elimina frotando con una toallita seca, limpia y sin pelusas. Luego, use un paño o toalla que no suelte pelusa y ligeramente humedecido con solvente para eliminar las trazas remanentes del líquido penetrante de la superficie, según lo determine la examinación bajo iluminación con luz UV-A para los métodos fluorescentes y visibles. Realice una limpieza final con un paño seco y limpio para eliminar los residuos de disolvente que puedan quedar. Se debe usar una limpieza suave para evitar eliminar el penetrante de cualquier discontinuidad. En superficies lisas, se puede hacer un método alternativo de eliminación con un paño limpio y seco. Se prohíbe el lavado de la superficie con solvente después de la aplicación del líquido penetrante y antes del revelado.

**8.7 Secado:** independientemente del tipo y el método de líquido Penetrante utilizado, es necesario secar la superficie de la (s) parte (s) antes de aplicar reveladores secos o no acuosos o después de aplicación del revelador acuoso. El tiempo de secado variará según el tipo de secado utilizado y el tamaño, la naturaleza, la geometría y la cantidad de piezas que se procesan.

8.7.1 Parámetros de Secado: los componentes deben secarse al aire a temperatura ambiente o en un horno de secado. El secado a temperatura ambiente puede ser ayudado con el uso de ventiladores. Las temperaturas del horno no deben exceder los 160 ° F [71 ° C]. El tiempo de secado solo será el necesario para secar adecuadamente la pieza. Los componentes deben retirarse del horno después del secado. Los componentes no deben colocarse en el horno con agua combinada soluciones / suspensión

**8.8 Aplicación del Revelador:** Hay varios modos de aplicación efectiva de los distintos tipos de reveladores, tales como pulverización, sumergir, inundar o rociar. La forma del revelador, el tamaño de la pieza, la configuración y la rugosidad de la superficie influirán en la elección de la aplicación del revelador.

8.8.1 Revelador de Polvo Seco (Forma A): Los Reveladores en polvo seco se aplicarán después de que la pieza esté seca de manera tal que se asegure una cobertura completa del área de interés. Las piezas se pueden sumergir en un contenedor de revelador seco o en un lecho fluido de revelador seco. También se puede espolvorear el revelador de polvo a través de una perilla manual o una pistola pulverizadora convencional o electrostática. Es común y efectivo aplicar polvo seco en una cámara de polvo cerrada, lo que crea una nube de polvo efectiva y controlada. Se pueden usar otros medios adecuados para el tamaño y la geometría de la muestra, siempre que el polvo se aplique uniformemente sobre toda la superficie que se examina. El exceso del revelador en polvo se puede eliminar agitando o

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

golpeando la pieza, o soplando con aire comprimido seco, limpio a baja presión que no exceda los 5 psi [34 kPa]. Los reveladores secos no deben usarse con penetrante tipo II.

8.8.2 Reveladores Acuoso (Forma B y C): Los reveladores solubles en agua (forma B) son prohibitivos para usarse con los penetrantes Tipo II o con los penetrantes del método A Tipo I. Los reveladores suspendibles en agua deberán ser aplicados a la pieza inmediatamente después que el exceso de penetrante hay sido eliminado y antes del secado. Los reveladores acuosos deberán ser preparados y mantenidos en concordancia con las instrucciones del fabricante y aplicado de tal manera que asegure una cobertura completa y uniforme de la pieza. Los reveladores acuosos pueden ser aplicados mediante rocío, flujo, o inmersión de la pieza en un baño de revelador preparado. Sumergir las partes solamente el tiempo suficiente para cubrir todas las superficies de la pieza con el revelador dado que las indicaciones pueden lixiviar si las partes son dejadas en el baño demasiado tiempo. Después que las piezas han sido retiradas del baño de revelador, se permite que las partes drenen. Drenar todo el exceso de revelador de las secciones huecas y atrapado para eliminar los charcos de revelador, el cual puede obscurecer las discontinuidades. Secar las partes en concordancia con 8.7. El recubrimiento de revelador seco aparece como una capa traslúcida o capa blanca sobre la parte.

8.8.3 Los Reveladores Húmedos No Acuoso (Forma D y E): Después que el exceso de penetrante haya sido eliminado y la superficie haya sido secada, aplicar el revelador húmedo no acuoso mediante rocío de tal manera que garantice la cobertura completa de la parte con una película delgada, uniforme de revelador. El revelador deberá ser aplicado en una manera apropiada según el tipo de líquido penetrante que se va a usar. Para tinte visible, el revelador debe ser aplicado lo suficientemente grueso para proveer un fondo de contraste. Para tinte fluorescente, el revelador debe ser aplicado con capa ligera para producir una cobertura translúcida. Está prohibido sumergir o inundar las partes con revelador no acuoso, porque la acción del solvente en estos tipos de reveladores puede inundar o disolver el penetrante dentro de las discontinuidades.

Nota 13: Los vapores del portador de solvente volátil en el revelador puede ser peligroso. La ventilación apropiada debería ser suministrada todo el tiempo, pero especialmente cuando el revelador sea aplicado dentro de un área cerrada.

8.8.4 Los reveladores de película líquida: Se aplican por rocío como lo recomienda el fabricante. Las partes rociadas de tal manera que garantice la cobertura completa de la pieza del área que está siendo examinada con una película delgada y uniforme de revelador

8.8.5 Tiempo de Revelado: La longitud de tiempo que permanece el revelador sobre las partes antes de la examinación deberá ser no menor de 10 minutos. El tiempo de revelado comienza inmediatamente después de la aplicación del revelador en polvo seco o tan pronto como la capa del revelador húmedo (acuoso o no acuoso) esté seca, es decir, el agua o solvente portador se ha evaporado hasta la sequedad. El tiempo de revelado máximo permitido deberá ser de 4 horas para revelador de polvo seco (Forma A), 2 horas para revelador acuoso (Formas B y C), y 1 hora para revelador no acuoso (Formas D y E).

**8.9 Examinación:** Después del tiempo de revelado aplicable, realizar la examinación de las partes bajo luz visible o radiación UV-A como sea apropiada. Puede ser útil observar el

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

sangrado durante el tiempo de ejecución como una ayuda en la interpretación de las indicaciones. Las fuentes de LED UV-A deberán cumplir con los requerimientos de la práctica **E3022**.

8.9.1 Examinación con Luz UV-A: Examinar las partes sometida a prueba con líquido penetrante fluorescente tipo I bajo luz UV-A en un área oscura. La luz de ambiente visible no deberá exceder de 2Fc [21.5 lx]. La medición de la luz del ambiente deberá ser hecha con un sensor de luz visible apropiado en la superficie de la examinación, con fuentes de luz visibles.

Nota 4: Debido a los constituyentes fluorescentes en el penetrante eventualmente perderán color con la exposición directa a las luces UV-A, la exposición directa de la parte bajo prueba a la radiación UV-A debería ser minimizada cuando no se elimina el exceso de penetrante o se evalúa las indicaciones.

8.9.1.1 Control de nivel de luz UV-A: Las luces UV-A proporcionarán una intensidad de luz mínima de 1000  $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ , a una distancia de 15 in. [38.1 cm]. La intensidad debe verificarse diariamente para garantizar la salida requerida (consulte la Guía E2297 para obtener más información). Los reflectores y filtros también se deben revisar diariamente para verificar su limpieza e integridad. Los filtros ultravioleta rotos o agrietados deben ser reemplazados inmediatamente. Dado que una caída en el voltaje de la línea puede causar una disminución de la salida de luz UV-A con el consecuente desempeño inconsistente, se debe usar un transformador de voltaje constante cuando haya evidencia de fluctuación de voltaje. Las fuentes de LED UV-A utilizadas para examinar las piezas deben revisarse diariamente (o antes de su uso si no se usan diariamente) para garantizar que todos los elementos estén operativos. Si algún elemento del diodo no está operativo, la condición se corregirá o la unidad se reemplazará. La verificación operativa debe realizarse colocando una hoja de papel blanco sobre la lámpara y luego observando la luz transmitida desde cada diodo. Las fuentes LED UV-A están en su máxima intensidad en el encendido, y la intensidad puede disminuir a medida que la lámpara se estabilice.

NOTA 15: Ciertas luces UV-A de alta intensidad pueden emitir inaceptables cantidades de luz visible, que pueden causar que las indicaciones fluorescentes desaparezcan. Se debe tener cuidado de utilizar únicamente bombillas adecuadas para propósitos fluorescentes de prueba por líquido penetrante.

8.9.1.2 Calentamiento de la luz UV-A: A menos que el fabricante especifique lo contrario, permita que la luz UV-A se caliente durante un mínimo de 10 minutos antes de usar o medir su intensidad. Las fuentes LED UV-A no requieren calentamiento.

8.9.1.3 Adaptación visual: el personal que examina las partes después del procesamiento con penetrante deben estar en el área oscura durante al menos 1 minuto antes de examinar las partes. Los tiempos más largos pueden ser necesarios en algunas circunstancias. No se deben usar lentes fotocromáticos o tintados durante el procesamiento y examen de las piezas.

8.9.2 Examinación con luz visible: Examine las piezas probadas con líquido penetrante visible tipo II bajo luz visible natural o artificial. Se requiere una iluminación adecuada para garantizar una sensibilidad adecuada de la examinación. Se requiere una intensidad de luz mínima en la superficie de la pieza de 100 fc [1076 lx] (consulte la Guía **E2297** para obtener más información).

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía,wmendozaws@gmail.com**

8.9.3 Servicio de limpieza: Mantenga el área de examinación libre de desechos que puedan interferir, incluidos los objetos y residuos de líquidos fluorescentes.

8.9.4 Verificación de la indicación: Solo para los exámenes del Tipo I, es una práctica común verificar las indicaciones limpiando la indicación con un isopo, brocha, tela o paño sin pelusa humedecido con solvente permitiendo que el área se seque, y revelando de nuevo el área. El tiempo del nuevo revelado debería ser un mínimo de 10 minutos, excepto que para el tiempo del nuevo revelado no acuoso debe ser un mínimo de 3 min. Si la indicación no vuelve a aparecer, la indicación original puede considerarse falsa. Este procedimiento puede realizarse hasta dos veces para cualquier indicación original dada. A menos que lo prohíba el comprador, la especificación **D770** para alcohol Isopropílico y la Especificación D329 para acetona son solventes comúnmente aceptados.

8.9.5 Evaluación: Todas las indicaciones encontradas durante la examinación se evaluarán de acuerdo con los criterios de aceptación especificados. Las fotografías de referencia de las indicaciones se indican en **E433**).

**8.10 Limpieza Posterior:** La limpieza posterior es necesaria cuando el penetrante residual o revelador pudieran interferir con el procesamiento posterior o con los requisitos de servicio. Es particularmente importante donde los materiales residuales de la prueba de líquido penetrante pueden combinarse con otros factores en servicio para producir corrosión y antes de desengrasar con vapor o tratar térmicamente la pieza, ya que estos procesos pueden hornear el revelador sobre la pieza. Se puede emplear una técnica adecuada, como un simple enjuague con agua, rociado con agua, lavado a máquina, remojo con solvente o limpieza por ultrasonidos (consulte el **Anexo A1** para obtener más información sobre la limpieza posterior). Se recomienda que, si es necesaria la eliminación del revelador, se debe llevar a cabo tan pronto como sea posible después de la examinación para que el revelador no se adhiera a la pieza.

## 9. Requerimientos Especiales

### 9.1 Impurezas:

9.1.1 Cuando se usan materiales de líquidos penetrantes en aceros inoxidables austeníticos, titanio, a base-nickel u otras aleaciones a alta temperaturas, puede considerarse la necesidad de restringir tales impurezas como el azufre, halógenos, y metales alcalinos. Estas impurezas pueden causar fragilidad o corrosión, particularmente a elevadas temperaturas. Cualquier evaluación de este tipo también incluirá la consideración de la forma en que están presentes las impurezas. Algunos materiales penetrantes contienen cantidades significativas de estas impurezas en forma de solventes orgánicos volátiles que normalmente se evaporan rápidamente y generalmente no causan problemas. Otros materiales pueden contener impurezas, que no son volátiles y pueden reaccionar con la pieza, particularmente en presencia de humedad o temperaturas elevadas.

9.1.2 Debido a que los solventes volátiles salen rápidamente de la superficie sin reaccionar en los procedimientos de examinación normales, los materiales penetrantes normalmente se someten a un procedimiento de evaporación para eliminar los disolventes antes de

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía,wmendozaws@gmail.com**

analizar los materiales para detectar las impurezas. El residuo de este procedimiento se analiza luego de acuerdo con el método de prueba **D1552** o la descomposición del método de prueba **D129**, seguido del método de prueba **E516**, método B (método turbidimétrico) para el azufre. El residuo también se puede analizar mediante el Método de prueba **D808** o el **Anexo A2** en los métodos para medir el contenido total de cloro en materiales de líquidos penetrantes combustibles (para halógenos distintos del flúor) y el **Anexo A3** en los Método para medir el contenido total de flúor en materiales de líquidos penetrantes combustibles (para flúor). Un procedimiento alternativo, el **Anexo A4** sobre la Determinación de aniones por cromatografía iónica, proporciona una técnica instrumental única para la medición secuencial rápida de aniones comunes tales como el cloruro, el fluoruro y el sulfato. Los metales alcalinos en el residuo se determinan mediante fotometría por llama, espectrofotometría de absorción atómica o cromatografía iónica (consulte el Método de prueba **D4327**).

NOTA 16: Algunos estándares actuales requieren que los niveles de impureza de azufre y halógenos no excedan el 1% de cualquier elemento sospechoso. Sin embargo, este nivel puede ser inaceptable para algunas aplicaciones, por lo que el nivel de impureza aceptable máximo real debe decidirse entre el proveedor y el usuario, caso por caso.

**9.2 Examinación a Alta o Baja Temperatura:** Cuando el examen con penetrante se realiza en partes que deben mantenerse a una elevada o baja temperatura durante la prueba, pueden requerirse materiales especiales de líquidos penetrantes y técnicas de procesamiento. Dicho examen requiere la calificación de acuerdo con **10.2** y se deben observar las recomendaciones del fabricante.

## **10. Calificación y Recalificación.**

**10.1 Calificación del Personal:** cuando sea requerido por el cliente, el personal que realice los exámenes de esta norma deberá ser calificado de acuerdo con una práctica o norma de calificación de personal de PND reconocida a nivel nacional o internacional, tales como la Práctica recomendada de ASNT SNT-TC-1A, ANSI / ASNT CP-189, NAS-410, o ISO 9712 o documento similar y certificado por el empleador o la agencia de certificación, según corresponda.

**10.2 Calificación del Procedimiento:** la calificación de los procedimientos que utilizan tiempos, condiciones o materiales que difieren de los especificados en esta práctica general o para nuevos materiales puede realizarse por cualquiera de varios métodos y debe ser acordado por las partes contratantes. Generalmente se utiliza una pieza de prueba que contiene una o más discontinuidades del tamaño relevante más pequeño. Cuando las partes contratantes lo acuerdan, la pieza de prueba puede contener discontinuidades reales o simuladas, siempre que muestre las características de las discontinuidades encontradas en la examinación del producto.

10.2.1 Es posible que se requiera una recalificación del procedimiento a ser usado cuando se realiza un cambio en el procedimiento o cuando se realiza la sustitución del material.

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

**10.3 Calificación de la Agencia de Pruebas No Destructivas:** Si se usa una agencia de pruebas no destructivas como se describe en la Práctica **E543** para realizar la examinación, la agencia debe cumplir con los requisitos de la Práctica **E543**.

**10.4 Recalificación:** Es posible que se requiera una recalificación cuando se realice un cambio o una sustitución en el tipo de materiales de líquidos penetrantes o en el procedimiento (consulte **10.2**).

## **11. Palabras Claves**

11.1 La examinación de líquidos penetrante fluorescente; Emulsificación Hidrofílico; Emulsificación Lipofílica; Examinación de Líquido Penetrante; Examinación no Destructiva; Removible con Solvente; Examinación de Líquido Penetrante Visible; Lavable con Agua Post-emulsificado; Luz Ultravioleta; UV-A; Luz Visible

## **ANEXOS**

### **(Información Obligatoria)**

#### **A1. LIMPIEZA DE LAS PARTES Y MATERIALES**

##### **A1.1 Selección del Método de Limpieza:**

A1.1.1 La selección de un método de limpieza adecuado se basa en factores tales como: (1) el tipo de contaminante que se eliminará, ya que ningún método elimina todos los contaminantes por igual; (2) efecto del método de limpieza en las partes; (3) la practicidad del método de limpieza de la parte (por ejemplo, una parte grande no se puede colocar en un desengrasante pequeño o limpiador ultrasónico); y (4) los requisitos específicos de limpieza del comprador. Se recomiendan los siguientes métodos de limpieza:

A1.1.1.1 Limpieza con Detergente: Los limpiadores con detergentes son compuestos solubles en agua no inflamables que contienen surfactantes especialmente seleccionados para humedecer, penetrar, emulsionar y saponificar diversos tipos de suciedades, tales como grasa y películas aceitosas, fluidos de corte y maquinado y compuestos de **dibujo** sin pigmento, etc. Los limpiadores detergentes pueden ser de naturaleza alcalina, neutra o ácida, pero no deben ser corrosivos para el producto examinado. Las propiedades de limpieza de las soluciones detergentes facilitan la eliminación completa de los sucios y la contaminación de la superficie y áreas vacías, preparándolos así para absorber el penetrante. El tiempo de limpieza debe ser según lo recomendado por el fabricante del compuesto de limpieza.

A1.1.1.2 Limpieza con Solventes: Existe una variedad de limpiadores con solventes que se pueden utilizar de manera efectiva para disolver suciedades tales como grasa, películas aceitosas, ceras y selladores, pinturas y, en general, materia orgánica. Estos disolventes deben estar libres de residuos, especialmente cuando se usa como un solvente para limpiar a mano o como un desengrasante para el tanque de inmersión. Los limpiadores con disolventes no se recomiendan para la eliminación de óxido y cascarillas de fundición,

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

fundente de soldadura y salpicaduras, y en general, suciedad inorgánicos. Estos solventes de limpieza son inflamables y pueden ser tóxicos. Observe todas las instrucciones del fabricante y las notas de precaución.

A1.1.1.3 Desengrase con Vapor: El desengrase con vapor es un método preferido para eliminar la suciedad de tipo aceite o grasa de la superficie de las piezas y de las discontinuidades abiertas. No eliminará la suciedad de tipo inorgánico (suciedad, corrosión, sales, etc.) y no eliminará los sucios resinosos (recubrimientos plásticos, barnices, pinturas, etc.). Debido al corto tiempo de contacto, es posible que el desengrase no limpie por completo las discontinuidades profundas y se recomienda un posterior remojo de disolvente.

A1.1.1.4 Limpieza Alcalina:

(a) Los limpiadores alcalinos son soluciones de agua no inflamables que contienen detergentes especialmente seleccionados para humedecer, penetrar, emulsionar y saponificar varios tipos de sucios. Las soluciones alcalinas calientes también se utilizan para eliminar el óxido, desincrustar, eliminar las cascarillas de óxido que pueden enmascarar las discontinuidades de la superficie. Los compuestos limpiadores alcalinos deben usarse de acuerdo con las recomendaciones de los fabricantes. Las piezas que se limpian mediante el proceso de limpieza alcalina deben enjuagarse completamente sin limpiador y secarse completamente antes del proceso de prueba del líquido penetrante (la temperatura de la pieza en el momento de la aplicación del líquido penetrante no debe exceder los 125 ° F [52 ° C]).

(b) La limpieza con vapor es una modificación del método de limpieza alcalina de tanque caliente, que se puede usar para la preparación de piezas grandes y difíciles de manejar. Se eliminarán los sucios inorgánicos y muchos sucios orgánicos de la superficie de las partes, pero pueden no llegar al fondo de las discontinuidades profundas, y se recomienda un posterior remojo de solvente.

A1.1.1.5 Limpieza Ultrasónica: Este método agrega agitación ultrasónica a la limpieza con solvente o detergente para mejorar la eficiencia de limpieza y disminuir el tiempo de limpieza. Se debe usar con agua y detergente si el sucio que se va a eliminar es inorgánico (óxido, suciedad, sales, productos de corrosión, etc.) y con solvente orgánico si el sucio que se va a eliminar es orgánico (películas de grasa y aceitosas, etc.). Después de la limpieza ultrasónica, las piezas deben enjuagarse completamente sin limpiador, secarse completamente y enfriarse a por lo menos 125°F [52°C], antes de la aplicación de penetrante.

A1.1.1.6 Eliminación de Pintura: las películas de pintura se pueden eliminar de manera efectiva mediante el removedor de pintura con solvente de liberación por adherencia o los decapantes de pintura alcalina en tanques calientes desintegradores. En la mayoría de los casos, la película de pintura se debe quitar completamente para exponer la superficie del metal. Los removedores de pintura de tipo solvente pueden ser del tipo espeso de alta

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

viscosidad para la aplicación con rociador o brocha o pueden ser del tipo de dos capas de baja viscosidad para aplicación en tanques de inmersión. Ambos tipos de removedores de pintura con solvente se usan generalmente a temperaturas ambiente, según se reciben. Los decapantes alcalinos de tanque caliente deben usarse de acuerdo con las instrucciones del fabricante. Después de quitar la pintura, las partes se deben enjuagar bien para eliminar toda la contaminación de las aberturas de los huecos, se deben secar y enfriar por lo menos a 52°C [52°C] antes de Aplicación del líquido penetrante.

**A1.1.1.7 Limpieza Mecánica y Acondicionamiento de Superficies:** Los procesos de remoción de metales tales como limado, pulido, raspado, fresado mecánico, taladrado, escariado, esmerilado, rectificado de líquidos, lijado, corte de torno, desbarbado o desbarbado vibratorio, y arenado abrasivo, incluyendo abrasivos tales como perlas de vidrio, arena, óxido de aluminio, gránulos de ligno-celulosa, inyección metálica, etc., se utilizan a menudo para eliminar suciedades tales como el carbono, el óxido, escamas, y las arenas adheridas a la fundición, así como para desbarbar o producir un efecto cosmético deseado en la pieza. Estos procesos pueden disminuir la efectividad de las pruebas de líquidos penetrantes al manchar o pelar sobre superficies metálicas y rellenar las discontinuidades abiertas a la superficie, especialmente para metales blandos como aluminio, titanio, magnesio y aleaciones de berilio.

**A1.1.1.8 Ataque con Ácido:** Las soluciones ácidas inhibidas (soluciones de decapado) se utilizan de forma rutinaria para descascarillar las superficies de las piezas. El descascarillado es necesario para eliminar la cascarilla de óxido, que puede enmascarar las discontinuidades de la superficie que evitan que el penetrante entre. Las soluciones de ataque con ácidos también se utilizan de forma rutinaria para eliminar el metal embarrado que se asoma sobre las discontinuidades de la superficie. Tales soluciones deben usarse de acuerdo con las recomendaciones de los fabricantes

NOTA A1.1: las piezas y los materiales atacados con ácido deben enjuagarse completamente sin la solución de ataque con ácido, la superficie debe neutralizarse y secarse completamente con calor antes de la aplicación de los líquidos penetrantes. Los ácidos y los cromatos pueden afectar negativamente a la fluorescencia de los materiales fluorescentes.

NOTA A1.2: Siempre que exista la posibilidad de agrietamiento por hidrógeno como resultado de la solución de ataque con ácido, la pieza debe hornearse a una temperatura adecuada durante un tiempo apropiado para eliminar el hidrógeno antes de continuar con el proceso. Después de hornear, la parte debe enfriarse a una temperatura inferior a 125 ° F [52 ° C] antes de aplicar los líquidos penetrantes.

**A1.1.1.9 Cocción de Cerámica al Aire:** El calentamiento de una pieza de cerámica en una atmósfera limpia y oxidante es una forma efectiva de eliminar la humedad o el sucio orgánico ligero, o ambos. Se debe utilizar la temperatura máxima que no cause degradación de las propiedades de la cerámica.

## **A1.2 Limpieza Posterior**

**A1.2.1 Eliminación del Revelador:** El revelador de polvo seco puede eliminarse de manera efectiva con un soplador de aire (sin aceite) o puede eliminarse con enjuague con agua. Los

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

recubrimientos de reveladores húmedos pueden eliminarse de manera efectiva mediante el enjuague con agua o enjuague con detergente bien sea manual o con una asistencia mecánica (cepillado, lavado a máquina, etc.). Los recubrimientos de revelador solubles simplemente se disuelven de la pieza con un enjuague con agua.

A1.2.2 El penetrante residual puede eliminarse por acción del disolvente. Se recomiendan las técnicas de remojo con solvente (15 min. mínimo), y limpieza ultrasónica con solvente (3 min. mínimo). En algunos casos, es deseable desengrasar con vapor, luego seguir con un remojo de solvente. El tiempo real requerido en el desengrasante de vapor y el remojo de solvente dependerá de la naturaleza de la pieza y se debe determinar experimentalmente.

## **A2. MÉTODOS PARA MEDIR EL CONTENIDO TOTAL DE CLORO EN LÍQUIDOS COMBUSTIBLES DE MATERIALES PENETRANTES**

### **A2.1 Ámbito de Aplicación y Alcance**

A2.1.1 Estos métodos cubren la determinación de cloro en materiales combustibles de líquidos penetrantes, líquidos o sólidos. Su rango de aplicabilidad es de 0.001 a 5% usando cualquiera de los procedimientos titrimétricos alternativos. Los procedimientos suponen que el bromo o el yodo no estarán presentes. Si estos elementos están presentes, serán detectados y reportados como cloro. La cantidad completa de estos elementos no será reportada. El Cromato interfiere con los procedimientos, causando baja o puntos de evaporación completa o inexistente. El método es aplicable solo a los materiales que son totalmente combustible

### **A2.2 Resumen de Métodos**

A2.2.1 La muestra se oxida por combustión en una bomba que contiene oxígeno a baja presión (ver **A2.2.1.1**). Los compuestos a base de cloro así liberados son absorbidos en una solución de carbonato de sodio y se determina la solución y la cantidad de cloruro presente detectado titrimétricamente ya sea contra el nitrato de plata con el punto de evaporación final detectado potencio-métricamente (Método A) o coulométricamente con el punto de evaporación final detectado por el aumento del flujo normal (Método B).

A2.2.1.1 Seguridad: El cumplimiento estricto de todas las disposiciones prescrito en lo sucesivo garantiza contra la ruptura explosiva de la bomba, o una explosión, siempre que la bomba sea de un diseño y construcción apropiado y esté en buen estado mecánico. Es deseable, sin embargo, que la bomba esté encerrada en un escudo de placa de acero de al menos 1/2 pulg. [12.7 mm] de espesor, o ya sea una protección equivalente contra contingencias imprevisibles.

### **A2.3 Aparatos**

A2.3.1 La bomba, que tiene una capacidad de no menos de 300 ml, fue construida para que no filtrara durante la prueba, y se lograra rápidamente la recuperación cuantitativa de los líquidos de la bomba. La superficie interna de la bomba puede ser hecha de acero inoxidable o cualquier otro material que no sea afectado por el proceso o productos de combustión.

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

Los materiales utilizados en el ensamblaje de la bomba, tales como la carcasa y el aislamiento del cable conductor, deberá ser resistente al calor y a la acción química, y no deberá sufrir ninguna reacción que afecte al contenido de cloro del líquido en la bomba.

A2.3.2 Una copa de muestra, de platino, de 24 mm de diámetro exterior en la parte inferior, 27 mm de diámetro exterior en la parte superior, 12 mm. de altura exterior y un peso de 10 a 11 g, de silicio fundido opaco, de forma ancha con un diámetro exterior de 29 mm en la parte superior, una altura de 19 mm, y una capacidad de 5 ml (**Nota A2.1**), o de níquel. (Forma de cápsula de Kawin), diámetro superior de 28 mm, 15 mm in Altura y capacidad de 5 ml.

NOTA A2.1: los crisoles de silicio fundido son mucho más económicos y más duradero que el platino. Después de cada uso, deben limpiarse con tela de esmeril fina y húmeda, calentada a un calor rojo apagado sobre un quemador, empapada en agua caliente durante 1 h, luego se seca y se almacena en un desecador antes de volver a utilizarlo.

A2.3.3 Cable de encendido, de platino, de aproximadamente calibres No. 26 B y S.

A2.3.4 Circuito de encendido (**Nota A2.2**), capaz de suministrar suficiente corriente para encender el hilo de nylon o de absorción de algodón sin fundir el cable.

NOTA A2.2: El interruptor en el circuito de encendido debe ser de un tipo que permanezca abierto, excepto cuando se mantenga en posición cerrada por el operador.

A2.3.5 Hilo de coser de nylon, o Hilo absorbente de algodón, blanco

#### **A2.4 Pureza de los Reactivos**

A2.4.1 Los productos químicos de grado reactivo deberán usarse en todas las pruebas. A menos que se indique lo contrario, se pretende que todos los reactivos cumplirán con las especificaciones de la Comisión de Análisis de Reactivos de la Sociedad Química Americana, donde tales especificaciones están disponibles.<sup>9</sup> Los otros grados pueden ser utilizados siempre que primero se determine el reactivo que sea lo suficientemente de alta pureza para permitir su uso sin disminuir la precisión de la determinación.

A2.4.2 A menos que se indique lo contrario, las referencias al agua se entenderán que significa agua de grado de arbitrario conforme a la especificación **D1193**

#### **A2.5 Preparación de la Muestra**

A2.5.1 Los Penetrantes, reveladores, emulsificadores, aceites magnéticos:

A2.5.1.1 Pesar 50 g de material de prueba en una placa de Petri de 150 mm.

A2.5.1.2 Coloque la placa de Petri de 150 mm en un horno de 194°F[90°C] a 212°F[100°C] durante 60 min.

A2.5.1.3 Deje que el material de la prueba se enfríe a temperatura ambiente.

A2.5.2 Limpiadores Solventes:

A2.5.2.1 Tome el peso de la tara de un plato de aluminio.

A2.5.2.2 Pesar 100 g del limpiador en el plato de aluminio.

A2.5.2.3 Coloque el plato de aluminio en una placa caliente en una campana extractora.

A2.5.2.4 Deje que el material se evapore hasta que el plato esté casi seco.

A2.5.2.5 Coloque el plato en un horno precalentado de 194°F[90°C] a 212°F[100°C] durante 10 min.

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía,wmendozaws@gmail.com**

A2.5.2.6 Sacar el plato del horno y dejar enfriar.

A2.5.2.7 Vuelva a pesar el plato y registre el peso.

NOTA A2.3: Para los limpiadores: si el residuo es inferior a 50 ppm, informe el peso del residuo. Si el peso es mayor que 50 ppm, proceda con el procedimiento de la bomba.

## A2.6 Descomposición

A2.6.1 Reactivos y materiales:

A2.6.1.1 El oxígeno, libre de material combustible y compuestos halogenados, disponibles a una presión de 40 atm [4.05 MPa].

<sup>9</sup> Los reactivos químicos, las especificaciones de la Sociedad Química Americana, la Sociedad Química, americana, Washington, DC. Para sugerencias sobre el ensayo de reactivos no listado por la Sociedad Química Americana, ver Normas Analar para Laboratorios Químicos, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. y la Farmacopea de los Estados Unidos y Formulario Nacional, Convención Farmacéutica de los Estados Unidos, Inc. (USPC), Rockville, MARYLAND.

A2.6.1.2 Solución de carbonato de sodio (50 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  / L) - Disuelva 50 g de anhídrido  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (o 58.5 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 2\text{O}$ ) o 135 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  en agua y diluir en 1 l.

A2.6.1.3 Aceite blanco, refinado.

A2.6.2 Procedimiento:

A2.6.2.1 Preparación de la bomba y la muestra: Corte un trozo del alambre de encendido de aproximadamente 100 mm de longitud. Enrolle la sección central (unos 20 mm) y fije los extremos libres a los terminales. Coloque la bobina de manera que quede por encima y hacia un lado de la copa de muestra. Coloque 5 ml de solución de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  en la bomba (**Nota A2.4**), coloque la tapa sobre la bomba y agite vigorosamente durante 15 s para distribuir la solución sobre el interior de la bomba. Abra la bomba, coloque la copa de muestra llena de muestra en el soporte de la terminal e inserte un hilo corto entre el cable de encendido y la muestra. El uso de un peso de muestra que contenga sobre 20 mg de cloro pueden causar la corrosión de la bomba. El peso de la muestra no debe exceder los 0,4 g si el contenido de cloro esperado es de 2.5% o más. Si la muestra es sólida, no se deben usar más de 0.2 g. Utilizar 0,8 g de aceite blanco con muestras sólidas. Si se utilizará aceite blanco (**Nota A2.5**), agréguelo a la copa de muestra por medio de un gotero en este momento (vea la **Nota A2.6** y la **Nota A2.7**).

NOTA A2.4: después del uso repetido de la bomba para determinar el cloro, se puede observar una película en la superficie interior. Este embotamiento debe eliminarse mediante el pulido periódico de la bomba. Un método satisfactorio para hacer esto es rotar la bomba en un torno a aproximadamente 300 rpm y pulir la superficie interior con Grano No. 2/0 o papel equivalente recubierto con un aceite de máquina ligero para evitar el corte, y luego con una pasta de grano libre de óxido de cromo y agua. Este procedimiento eliminará todos los pozos excepto los muy profundos y pondrá un alto brillo en la superficie. Antes de usar la bomba, debe lavarse con agua y jabón para eliminar el aceite o la pasta que queda de la operación de pulido. Las bombas con superficies porosas o picadas nunca deben usarse debido a la tendencia a retener el cloro de una muestra a otra. Se recomienda no usar más de 1 g en total de muestra y aceite blanco u otro material combustible sin cloro.

NOTA A2.5: Si la muestra no es fácilmente miscible con el aceite blanco, se puede emplear algún otro diluyente no volátil y libre de cloro en lugar del aceite blanco. Sin embargo, el peso combinado de la muestra y el diluyente no volátil no excederá de 1 g. Algunos aditivos sólidos son relativamente insolubles, pero pueden quemarse satisfactoriamente cuando se cubren con una capa de aceite blanco.

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía,wmendozaws@gmail.com**

NOTA A2.6: Siempre que sea posible, debe evitarse la práctica de obtener muestras alternativamente con alto y bajo contenido de cloro. Es difícil enjuagar las últimas trazas de cloro de las paredes de la bomba y la tendencia a que el cloro residual se transfiera de una muestra a otra se ha observado en varios laboratorios. Cuando una muestra alta en cloro ha precedido una baja en contenido de cloro, la prueba en la muestra baja en cloro debe repetirse y uno o ambos valores bajos así obtenidos deben considerarse sospechosos si no concuerdan dentro de los límites de repetitividad de este método.

A2.6.2.2 Adición de Oxígeno: Coloque la copa de muestra en posición y coloque el hilo de nylon, o un poco de algodón, de modo que el extremo se sumerja en la muestra. Montar la bomba y apretar la tapa de forma segura. Ingrese oxígeno (vea la **Nota A2.7**) lentamente (para evitar soplar la muestra de la copa) hasta que se alcance la presión como se indica en la **Tabla A2.1**.

NOTA A2.7: Se recomienda no agregar oxígeno o encender la muestra si la bomba ha sido sacudida, caída o inclinada.

A2.6.2.3 Combustión: Sumerja la bomba en un baño de agua fría. Conecte los terminales al circuito eléctrico abierto. Cerrar el circuito para encender la muestra. Quitar la bomba del Baño después de inmersión durante al menos 10 min. Libere la presión a una velocidad lenta y uniforme, de modo que la operación requiera no menos de 1 minuto. Abra la bomba y examine los contenidos. Si se encuentran rastros de aceite sin quemar o depósitos de hollín, deseche la determinación y limpie a fondo la bomba antes de volver a ponerla en uso (**Nota A2.4**).

**TABLA A2.1 Presiones Manométricas**

Capacidad de la Bomba mL	Presión Manométrica, atm [MPa]	
	min. <sup>A</sup>	máx.
300 a 350	38[3.85]	40[4.05]
350 a 400	35[3.55]	37[3.75]
400 a 450	30[3.04]	32[3.24]
450 a 500	27[2.74]	29[2.94]

<sup>A</sup> Las presiones mínimas se especifican para proporcionar suficiente oxígeno para completar la combustión y las presiones máximas que presenten un requerimiento seguro.

## **A2.7 Análisis, Método A, Procedimiento de Valoración Potenciométrica**

### **A2.7.1 Aparato:**

A2.7.1.1 Electrodo de palanquilla de plata.

A2.7.1.2 Electrodo de vidrio, tipo de medición de pH.

A2.7.1.3 Bureta, capacidad de 25 ml, graduaciones de 0.05 ml.

A2.7.1.4 Medidor de milivoltios, o medidor de pH de escala expandida capaz de medir de 0 a 220 mV.

NOTA A2.8: Se recomienda altamente un dosificador automático en lugar de los ítems A2.7.1.3 y A2.7.1.4. La repetitividad y la sensibilidad del método se ven muy favorecidas por el equipo automático, mientras que se evita mucho esfuerzo tedioso.

### **A2.7.2 Reactivos y Materiales:**

A2.7.2.1 Acetona, libre de cloro.

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

A2.7.2.2 Metanol, sin cloro.

A2.7.2.3 Solución de nitrato de plata (0.0282 N) - Disolver

4.7910 ± 0.0005 g de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ) en agua y diluir a 1 L.

A2.7.2.4 Solución de cloruro de sodio (0.0282 N): Se secan unos gramos de cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ ) durante 2 horas entre 130 y 150 ° C, se pesan 1.6480 ± 0.0005 g de  $\text{NaCl}$  seco, se disuelven en agua y se diluyen a 1 L.

A2.7.2.5 Ácido sulfúrico (1 + 2): Mezcle 1 volumen de ácido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ , sp. gr 1.84) con 2 volúmenes de agua.

A2.7.3 Recolección de Solución de Cloro: Retire el recipiente de la muestra con unas pinzas limpias y colóquelo en un vaso de precipitados de 400 mL. Lave las paredes de la cubierta de la bomba con un chorro fino de metanol de una botella de lavado y vierta los lavados en el vaso de precipitados. Enjuague cualquier residuo en el vaso de precipitados. A continuación, enjuague la tapa de la bomba y las terminales en el vaso de precipitados. Finalmente, enjuague dentro y fuera del crisol de muestra en el vaso de precipitados. Los lavados deben ser iguales, pero no deben exceder los 100 mL. Añadir metanol para hacer 100 mL.

A2.7.4 Determinación de Cloro: Agregue 5 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1: 2) para acidificar la solución (la solución debe ser ácida a tornasol y limpia del precipitado de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  blanco). Añadir 100 mL de acetona. Coloque los electrodos en la solución, encienda el agitador (si se va a usar un agitador mecánico) y comience la valoración. Si la valoración es manual, configure el medidor de pH en la escala de milivoltios expandida y anote la lectura. Añadir exactamente 0,1 ml de solución de  $\text{AgNO}_3$  de la bureta. Deje agitar unos segundos; Luego registre la nueva lectura en milivoltios. Reste la segunda lectura de la primera. Continúe con la valoración, anotando cada cantidad de solución de  $\text{AgNO}_3$  y la cantidad de la diferencia entre la lectura actual y la última lectura. Continúe agregando incrementos de 0,1 ml, realizando lecturas y determinando las diferencias entre las lecturas hasta obtener una diferencia máxima entre las lecturas. La cantidad total de solución de  $\text{AgNO}_3$  requerida para producir este diferencial máximo es el punto final. Los valoradores automáticos agitan continuamente la muestra, agregan titración, miden la diferencia de potencial, calculan el diferencial y trazan el diferencial en una tabla. El diferencial máximo se toma como punto final.

NOTA A2.9: Para una sensibilidad máxima, la solución de  $\text{AgNO}_3$  0,00282 N puede ser utilizado con el titulador automático. Este reactivo diluido no debe utilizarse con muestras grandes o donde el contenido de cloro puede ser superior al 0.1% ya que estas pruebas causarían puntos finales de 10 ml o más. La gran cantidad de El agua utilizada en tales titulaciones reduce el diferencial entre lecturas, Haciendo el punto final muy difícil de detectar. Para contenidos de cloro sobre 1% en muestras de 0,8 g o más grandes, se requerirá una solución de 0.282 N  $\text{AgNO}_3$  para evitar exceder el límite de dilución de agua de 10 ml.

A2.7.5 En blanco: Realice determinaciones en blanco con la cantidad de aceite blanco utilizado, pero omitiendo la muestra. (Las muestras líquidas normalmente solo requieren de 0.15 a 0.25 g de aceite blanco mientras que los sólidos requieren de 0.7 a 0.8 g.) Siga el procedimiento normal, haciendo dos o Tres pruebas para asegurarse de que los resultados estén dentro de los límites de Repetitividad para la prueba. Repita este procedimiento en blanco siempre que se utilizan nuevos lotes de reactivos o aceite blanco. El propósito de la

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

ejecución en blanco es medir el cloro en el aceite blanco, los Reactivos, y los introducidos por la contaminación.

A2.7.6 Estandarización: Las soluciones de nitrato de plata no son estables permanentes, por lo que la verdadera actividad debe ser verificada cuando la solución se hace primero y luego periódicamente durante la vida de la solución. Esto se hace por titulación de un NaCl conocida la solución de la siguiente manera: Prepare una mezcla de las cantidades de productos químicos (solución de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , solución de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , acetona y metanol) especificado para la prueba. Pipetear en 5.0 mL de 0.0282-N la solución de NaCl y titulación hasta el punto final. Preparar y valorar a mezcla similar de todos los químicos excepto la solución de NaCl, Obteniendo así una lectura de reactivo en blanco. Calcula la normalidad. de la solución de  $\text{AgNO}_3$  como sigue:

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{5.03N_{\text{NaCl}}}{VA - VB} \quad (\text{A2.1})$$

Donde:

$N_{\text{AgNO}_3}$  = La normalidad de la solución  $\text{AgNO}_3$ ,

$N_{\text{NaCl}}$  = La normalidad de la solución NaCl,

VA = mililitros de la solución de  $\text{AgNO}_3$  usada para la valoración (titración), incluyendo la solución de NaCl, y

VB = mililitros de la solución de  $\text{AgNO}_3$  usada para la valoración (titración) solamente de los reactivos.

A2.7.7 Cálculos: Calcular el contenido de cloro de la muestra como sigue:

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

Donde:

$V_S$  = mililitros de la solución de  $\text{AgNO}_3$  usada por la muestra,

$V_B$  = mililitros de la solución de  $\text{AgNO}_3$  usada por el blanco,

N = normalidad de la solución de  $\text{AgNO}_3$ , y

W = gramos de la muestra usada.

A2.7.8.1 Se deben usar los siguientes criterios para juzgar la aceptabilidad de los resultados:

A2.7.8.1.1 Repetitividad: los resultados del mismo analista no deben considerarse sospechosos a menos que difieran en más del 0,006% o el 10,5% del valor determinado, el que sea mayor.

A2.7.8.1.2 Reproducibilidad: los resultados de diferentes laboratorios no deben considerarse sospechosos a menos que difieran en más de 0.013% o 21.3% del valor detectado, cualquiera que sea es más alto.

A2.7.8.1.3 Exactitud: La recuperación promedio del método es del 86% al 89% de la cantidad real presente.

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

## A2.8 Análisis, Método B, Valoración Coulométrica

### A2.8.1 Aparato:

A2.8.1.1 Titrador de Cloruro Coulométrico.

A2.8.1.2 Vasos, dos crisoles esmaltados o de 100 ml (preferiblemente con una base inferior de 1 1/2 pulg. de diámetro exterior).

A2.8.1.3 Refrigerador.

### A2.8.2 Reactivos:

A2.8.2.1 Ácido acético, Glacial.

A2.8.2.2 Mezcla de gelatina seca.<sup>10</sup>

A2.8.2.3 ácido Nítrico.

A2.8.2.4 Solución de Cloruro de Sodio —100 meq C/1. Secar una cantidad de NaCl por 2 horas de 130 a 150 °C. pesar  $5.8440 \pm 0.0005$  g de NaCl seco en un recipiente cerrado, disolver en agua, y diluir a 1L.

### A2.8.3 Preparación de los Reactivos:

NOTA A2.10: el proceso normal de preparación del reactivo se ha modificado ligeramente debido a la interferencia de los 50 ml de agua necesarios para lavar la bomba. Este proceso modificado elimina la interferencia y no altera la calidad de la titulación.

A2.8.3.1 Solución de gelatina: Una preparación típica es: Agregue aproximadamente 1 L de agua destilada caliente o desionizada a los 6.2 g de mezcla de gelatina seca contenida en un vial suministrado por el fabricante del equipo. Calentar suavemente con mezcla continua hasta que la gelatina se disuelva completamente

A2.8.3.2 Divida en partes alícuotas, cada una suficiente para los análisis de un día. (Treinta mililitros es suficiente para aproximadamente once titulaciones). Mantenga el resto en un refrigerador, pero no congele. La solución se mantendrá durante unos seis meses en el refrigerador. Cuando esté listo para usar, sumerja la alícuota del día en agua caliente para licuar la gelatina.

A2.8.3.3 Solución Glacial de ácido acético y ácido nítrico: Una proporción típica es de 12.5 a 1 (12.5 partes de CH<sub>3</sub>COOH a 1 parte de HNO<sub>3</sub>).

A2.8.3.4 Mezcle suficiente solución de gelatina y de ácido acético y ácido nítrico para una titulación. (Una mezcla típica es 2.5 mL de solución de gelatina y 5.4 mL de mezcla de ácido acético-nítrico).

<sup>10</sup> Puede comprarse al proveedor del equipo. Una mezcla típica consiste en 6 g de gelatina en polvo, 0,1 g de timol azul, soluble en agua y 0,1 g de timol, grado reactivo, cristal.

<sup>11</sup>La solución se puede pre mezclar en una cantidad mayor por conveniencia, pero no se puede utilizar después de 24 h.

A2.8.3.5 Ejecute al menos tres valores en blanco y tome un promedio de acuerdo con el manual de operación del valorador. Determine los espacios en blanco separados para las cinco gotas de aceite mineral y 20 gotas de aceite mineral.

### A2.8.4 Valoración (Titration):

A2.8.4.1 Pese los 0.1 g más cercanos y registre el peso del vaso de precipitados de 100 ml.

A2.8.4.2 Retire el crisol de muestra del anillo de soporte del ensamblaje de la cubierta con unas pinzas limpias y, utilizando un frasco de lavado, enjuague tanto el interior y el exterior con agua en el vaso de precipitados de 100 ml.

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

A2.8.4.3 Vacíe la cubierta de la bomba en el vaso de precipitados de 100 ml. Lavar los lados de la bomba con agua, usando una botella de lavado.

A2.8.4.4 Retire el conjunto de la cubierta del soporte del conjunto de la cubierta y, usando la botella de lavado, enjuague el lado inferior, el cable de platino y los terminales en el mismo vaso de precipitados de 100 ml. La cantidad total de lavados debe ser  $50 \pm 1$  g.

A2.8.4.5 Agregue cantidades específicas de mezcla de gelatina y mezcla de ácido acético-ácido nítrico, o mezcla de gelatina-ácido acético-ácido nítrico, si esta se premezcla, en el vaso de precipitados de 100 ml que contiene los 50 g de lavados, incluido la muestra descompuesta.

A2.8.4.6 Valorar con un titulador coulométrico, según el procedimiento del manual de funcionamiento.

A2.8.5 Cálculos: Calcule la concentración del ion cloruro en la muestra de la siguiente manera:

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

Donde:

P = Lectura del contador obtenido con la muestra,

B = Promedio de la lectura del contador obtenida con el promedio de tres lecturas en blanco,

M = Constante de estandarización. Esto depende de la configuración del rango del instrumento en uso y la lectura obtenida con una cantidad conocida de 100 meq de Cl por litro de solución, y

W = Peso de la muestra utilizada, g.

A2.8.6 Precisión y exactitud:

A2.8.6.1 Los resultados duplicados por el mismo operador pueden esperarse que exhiban las siguientes desviaciones estándar relativas.

Aproximado % Cloro	RSD, %
1.0 y sobre	0.10
0.1	2.5
0.003	5.9

A2.8.6.2 Se puede esperar que el método informe los valores que varían del valor verdadero en las siguientes cantidades:

0.1 % cloro y mayores	$\pm 2$ %
0.001 a 0.01 % cloro	$\pm 9$ %.

A2.8.6.3 Si hay bromo presente, se reportará el 36.5% de la cantidad verdadera. Si hay yodo presente, se reportará el 20.7% de la cantidad verdadera. No se detectará flúor.

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

## MÉTODO PARA MEDIR CONTENIDO TOTAL DE FLUOR EN MATERIALES COMBUSTIBLES EN EL LIQUIDO PENETRANTE

### A3.1 Alcance y Aplicación

A3.1.1 Este método cubre la determinación de flúor en materiales combustibles en líquidos penetrantes, líquidos o sólidos, que no contienen cantidades apreciables de elementos que interfieren, o tienen algún residuo insoluble después de la combustión. Su rango de aplicabilidad es de 1 a 200 000 ppm.

A3.1.2 La medida del contenido de flúor emplea el electrodo de ion selectivo de fluoruro.

### A3.2 Resumen del Método

A3.2.1 La muestra se oxida por combustión en una bomba que contiene oxígeno bajo presión (ver A3.2.1.1). Los compuestos de flúor así liberados se absorben en una solución de citrato de sodio y la cantidad de flúor presente se determina potenciométricamente mediante el uso de un electrodo de ion selectivo de fluoruro.

A3.2.1.1 Seguridad: El cumplimiento estricto de todas las disposiciones prescritas a continuación garantiza la ruptura explosiva de la bomba, o una explosión, siempre que la bomba tenga un diseño y construcción adecuados y esté en buenas condiciones mecánicas. Sin embargo, es deseable que la bomba esté encerrada en un escudo de placa de acero de al menos 1/2 pulg. [12.7 mm] de espesor, o que se proporcione una protección equivalente contra contingencias indeseables.

### A3.3 Interferencias

A3.3.1 Los precipitados que forman silicio, calcio, aluminio, magnesio y otros metales con el ion fluoruro interferirán si están presentes en una concentración suficiente para exceder la solubilidad de sus respectivos fluoruros. El residuo insoluble después de la combustión arrastrará flúor incluso si de otra manera es soluble.

### A3.4 Preparación de la Muestra.

A3.4.1 Penetrantes, reveladores, emulsificadores, aceites magnéticos:

A3.4.1.1 Pesar 50 g de material de prueba en una placa de Petri de 150 mm.

A3.4.1.2 Coloque la placa de Petri de 150 mm en un horno de 194°F[90°C] a 212°F[100°C] durante 60 min.

A3.4.1.3 Deje que el material de prueba se enfríe a temperatura ambiente.

A3.4.2 Limpiadores Solventes:

A3.4.2.1 Tome el peso de la tara de un plato de aluminio.

A3.4.2.2 Pesar 100 g de limpiador en el plato de aluminio.

A3.4.2.3 Coloque el plato de aluminio en una placa caliente en una campana extractora.

A3.4.2.4 Deje que el material se evapore hasta que el plato esté casi seco.

A3.4.2.5 Coloque el plato en un horno precalentado de 194°F[90°C] a 212°F[100°C] durante 10 min.

A3.4.2.6 Sacar el plato del horno y dejar enfriar.

A3.4.2.7 Vuelva a pesar el plato y registre el peso.

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía,wmendozaws@gmail.com**

NOTA A3.1: Para limpiadores: Si el residuo es inferior a 50 ppm, reporte el peso del residuo. Si el peso es mayor que 50 ppm, proceda con el procedimiento de la bomba.

### **A3.5 Aparato**

A3.5.1 Bomba, que tiene una capacidad de no menos de 300 mL, construida de manera que no tenga fugas durante la prueba, y que la recuperación cuantitativa de los líquidos de la bomba se pueda lograr fácilmente. La superficie interna de la bomba puede estar hecha de acero inoxidable o cualquier otro material que no se vea afectado por el proceso o los productos de combustión. Los materiales utilizados en el conjunto de la bomba, como la carcasa y el aislamiento del cable conductor, deben ser resistentes al calor y la acción química, y no deben sufrir ninguna reacción que afecte el contenido de flúor del líquido en la bomba.

A3.5.2 Copa de muestra, de níquel, 20 mm de diámetro exterior en la parte inferior, 28 mm de diámetro exterior en la parte superior y 16 mm de altura; o de platino, 24 mm de diámetro exterior en la parte inferior, 27 mm de diámetro exterior en la parte superior, 12 mm de altura y un peso de 10 a 11 g.

A3.5.3 Cable de encendido, de platino, aproximadamente calibre No. 26 B y S.

A3.5.4 Circuito de encendido, capaz de suministrar suficiente corriente para encender el hilo de nylon o la absorción de algodón sin derretir el cable. (Advertencia: el interruptor en el circuito de encendido debe ser de un tipo que permanezca abierto, excepto cuando el operador lo mantenga cerrado).

A3.5.5 Hilo de coser de nylon, o mecha de algodón, blanco.

A3.5.6 Embudo, polipropileno (**Nota A3.2**).

A3.5.7 Matraz volumétrico, polipropileno, 100 ml (**Nota A3.2**).

A3.5.8 Cubilete, polipropileno, 150 ml (**Nota A3.2**).

A3.5.9, Pipeta 100 µl, tipo Eppendorf (**Nota A3.2**).

A3.5.10 Agitador magnético y barra agitadora magnética recubierta con TFE.

A3.5.11 Electrodo de ión específico de fluoruro y electrodo de referencia adecuada.

A3.5.12 Medidor en milivoltios capaz de medir hasta 0.1 mV.

NOTA A3.2: la cristalería nunca debe utilizarse para manipular una solución de fluoruro, ya que eliminará los iones de fluoruro de la solución o, en el uso posterior, transportará el ion de fluoruro de una solución concentrada a una dilución más diluida.

### **Reactivos A3.6**

A3.6.1 Pureza de los reactivos: Se deben usar productos químicos de grado reactivo en todas las pruebas. A menos que se indique lo contrario, se pretende que todos los reactivos se ajusten a las especificaciones del Comité de Reactivos Analíticos de la Sociedad Química Americana, donde estén disponibles dichas especificaciones.<sup>9</sup> Se pueden usar otros grados, siempre que primero se determine que el reactivo es de pureza lo suficientemente alta para permitir su uso sin disminuir la precisión de la determinación.

A 3.6.2 Pureza del agua: A menos que se indique lo contrario, se entenderá que todas las referencias al agua significan agua reactiva de Tipo I conforme a la Especificación D1193.

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía,wmendezaws@gmail.com**

A3.6.3 Solución de fluoruro, stock (2000 ppm) – Disolver 4.4200 ± 0.0005 g de fluoruro de sodio presecado (a una temperatura de 130 a 150°C durante 1 h, luego enfriado en un desecador) en agua destilada y diluir a 1 L.

A3.6.4 Oxígeno, libre de materiales combustibles y compuestos halógenos, disponible a una presión de 40 atm [4.05 MPa].

A3.6.5 Solución de citrato de sodio: Disuelva 27 g de citrato de sodio dihidratado en agua y diluya a 1 L.

A3.6.6 Solución de hidróxido de sodio (5 N): Disolver 200 g de gránulos de hidróxido de sodio (NaOH) en agua y diluir hasta 1 L; Almacenar en un recipiente de polietileno.

A3.6.7 Solución de lavado (TISAB modificada, tampón de ajuste de resistencia iónica total): a 300 ml de agua destilada, agregue 32 mL de ácido acético glacial, 6.6 g de citrato de sodio dihidratado y 32,15 g de cloruro de sodio. Agite para disolver y luego ajuste el pH a 5.3 con una solución de NaOH 5N. Enfriar y diluir a 1 L.

A3.6.8 Aceite blanco, refinado.

### A 3.7 Procedimiento de descomposición

A3.7.1 Preparación de la bomba y la muestra: Corte un trozo de alambre de encendido de aproximadamente 100 mm de longitud. Enrolle la sección central (unos 20 mm) y conecte los extremos libres a los terminales. Coloque la bobina de manera que quede por encima y hacia un lado de la copa de muestra. Coloque 10 ml de solución de citrato de sodio en la bomba, coloque la tapa sobre la bomba y agite vigorosamente durante 15 s para distribuir la solución sobre el interior de la bomba. Abra la bomba, coloque el recipiente de muestra lleno de muestra en el soporte de la terminal e inserte un hilo corto entre el hilo de encendido y la muestra. El peso de la muestra utilizada no debe exceder de 1 g. Si la muestra es sólida, agregue unas gotas de aceite blanco en este momento para asegurar la ignición de la muestra.

NOTA A3.3: El uso de pesos de muestra que contengan más de 20 mg de cloro puede causar la corrosión de la bomba. Para evitar esto, se recomienda que para muestras que contengan más del 2% de cloro, el peso de la muestra se basa en la siguiente tabla:

Cloro	Muestra	Aceite blanco
Contenido, %	Peso, g	Peso, g
2 to 5	0.4	0.4      0.6
>5 to 10	0.2	0.7
>10 to 20	0.1	0.7
>20 to 50	0.05	

No utilice más de 1 g total de muestra y aceite blanco u otro material combustible libre de flúor

A 3.7.2 Adición de oxígeno: Coloque la copa de muestra en posición y coloque el hilo de nailon o un poco de algodón para que el extremo se sumerja en la muestra. Montar la bomba y apretar la tapa de forma segura. Ingrese oxígeno (vea la Advertencia a continuación) lentamente (para evitar soplar la muestra de la taza) hasta que se alcance

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía,wmendozaws@gmail.com**

una presión como se indica en la **Tabla A3.1**. (Advertencia: Se recomienda no agregar oxígeno o encender la muestra si la bomba tiene sido sacudido, caído, o inclinado.)

A3.7.3 Combustión: Sumerja la bomba en un baño de agua fría. Conecte los terminales al circuito eléctrico abierto. Cerrar el circuito para encender la muestra. Retire la bomba del baño después de la inmersión por al menos 10 min. Libere la presión a una razón lenta y uniforme de tal manera que la operación requiera no menos de 1 min. Abra la bomba y examine los contenidos. Si se encuentran restos de aceite sin quemar o depósitos con hollín, deseche la determinación y limpie completamente la bomba antes de ponerla en uso de nuevo.

A3.7.4 Recolección de la Solución de Flúor: Retire el recipiente de la muestra con unas pinzas limpias y enjuague con una solución de lavado en un matraz volumétrico de 100 mL. Enjuague las paredes de la carcasa de la bomba con un chorro fino de solución de lavado con una botella de lavado, y agregue el lavado al matraz. Luego, enjuague la cobertura de la bomba y los terminales en un matraz volumétrico. Finalmente, añada solución de lavado para llevar el contenido del matraz a la línea.

### A3.8 Procedimiento

A3.8.1 Determine la pendiente (milivoltios por diez veces el cambio de concentración) del electrodo como lo describe el fabricante.

A3.8.2 Obtenga una solución en blanco realizando el procedimiento sin una muestra.

**TABLA A3.1 Presiones Manométricas**

Capacidad de la Bomba mL	Presión Manométrica, atm [MPa]	
	min. <sup>A</sup>	máx.
300 a 350	38	40
350 a 400	35	37
400 a 450	30	32
450 a 500	27	29

A Las presiones mínimas se especifican para proporcionar suficiente oxígeno para completar la combustión y las presiones máximas que presenten un requerimiento seguro.

A3.8.3 Sumerja el fluoruro y los electrodos de referencia en soluciones y obtenga la lectura de equilibrio a 0.1 mV. (La condición del electrodo determina el tiempo necesario para alcanzar el equilibrio. Esto puede ser de tan solo 5 minutos o de 20 minutos).

A3.8.4 Agregue 100 µL de solución de fluoruro de reserva y obtenga la lectura después de la misma cantidad de tiempo necesaria para **A3.8.3**.

### Cálculo de A3.9

A3.9.1 Calcule el contenido de flúor de la muestra de la siguiente manera:

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

Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)

Donde:

$\Delta E_1$  = cambio de milivoltios en la solución de muestra al agregar 100  $\mu\text{L}$  de solución de fluoruro de reserva,

$\Delta E_2$  = cambio de milivoltios en la solución en blanco en la adición de 100  $\mu\text{L}$  de la solución de fluoruro de reserva,

S = pendiente del electrodo de fluoruro según lo determinado en **A3.8.1**,

W = gramos de muestra.

### **A3.10 Precisión y Sesgo**

Repetitividad: Los resultados de dos determinaciones por el mismo analista no deben ser considerado sospechoso a menos que difieren en más de 1.1 ppm (0.00011%) o 8.0% de las cantidad detectada, la que sea mayor.

A3.10.2 Reproducibilidad: Los resultados de dos determinaciones Por diferentes laboratorios no deben considerarse sospechoso. A menos que difieran en 6.7 ppm o 129.0% de la cantidad. Lo detectado, lo que sea mayor.

A3.10.3 Sesgo: La recuperación promedio del método es de 62 a 64% de la cantidad realmente presente, aunque 83 a 85% se pueden esperar recuperaciones con la técnica adecuada.

## **A4. DETERMINACIÓN DE ANIONES MEDIANTE CROMATOGRFÍA IÓNICA CON MEDICIÓN DE CONDUCTIVIDAD**

### **A4.1 Alcance y aplicación**

A4.1.1 Este método se condensa a partir de los procedimientos de ASTM y del Método 429 de APHA y se optimiza para el análisis de sustancias perjudiciales en materiales de base orgánica. Proporciona una técnica instrumental única para la medición rápida y secuencial de aniones comunes como bromuro, cloruro, fluoruro, nitrato, nitrito, fosfato y sulfato.

### **A4.2 Resumen del Método**

A4.2.1 El material debe ponerse en la forma de una solución acuosa antes de que pueda intentarse el análisis. La muestra se oxida por combustión en una bomba que contenga oxígeno bajo presión. Los productos liberados se absorben en el eluyente presente en la bomba en el momento de la ignición. Esta solución se lava de la bomba, se filtra y se diluye a una solución de volumen conocido.

A4.2.1.1 Se inyecta una alícuota de muestra filtrada en una corriente de eluyente de carbonato-bicarbonato y se pasa a través de una serie de intercambiadores de iones. Los aniones de interés están separados sobre la base de sus afinidades relativas para un intercambiador de aniones fuertemente básico y de baja capacidad (columna protectora y separadora). Los aniones separados se dirigen a un intercambiador de catión fuertemente ácido (columna supresora) donde se convierten en su forma de ácido altamente conductor y el eluyente de carbonato de bicarbonato se convierte en ácido carbónico débilmente conductor. Los aniones separados en su forma ácida se miden por conductividad. Se identifican en función del tiempo de retención en comparación con los estándares. La

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaaws@gmail.com](mailto:wmendozaaws@gmail.com)**

cuantificación es por medida del área del pico o la altura del pico. Los espacios en blanco se preparan y analizan de manera similar.

A4.2.2 Interferencias: Cualquier sustancia que tenga un tiempo de retención que coincida con el de cualquier anión que se determine interferirá. Por ejemplo, concentraciones relativamente altas de ácidos orgánicos de bajo peso molecular interfieren con la determinación del cloruro y del fluoruro. Una alta concentración de cualquier ion también interfiere con la resolución de otros. La dilución de la muestra supera muchas interferencias. Para resolver las incertidumbres de identificación o cuantificación, utilice el método de adiciones conocidas. Los picos falsos pueden resultar de contaminantes en el agua reactiva, la cristalería o el aparato de procesamiento de muestras. Debido a que se utilizan pequeños volúmenes de muestra, evite escrupulosamente la contaminación.

A4.2.3 Concentración mínima detectable: La concentración mínima detectable de un anión es una función de la escala simple de tamaño y conductividad utilizada. En general, las concentraciones mínimas detectables están en el rango de 0.05 mg / L para F<sup>-</sup> y 0.1 mg / L para Br<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> y SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> con un bucle de muestra de 100 µL y un ajuste de escala completa de 10 µmho en el detector de conductividad. Se pueden lograr valores similares utilizando una configuración de escala más alta y un integrador electrónico.

### **A4.3 aparato**

A4.3.1 La bomba, que tiene una capacidad de no menos de 300 ml, construida de manera que no tenga fugas durante la prueba, y que la recuperación cuantitativa de los líquidos de la bomba se pueda lograr fácilmente. La superficie interna de la bomba puede estar hecha de acero inoxidable o de cualquier otro material que no se vea afectado por el proceso o los productos de combustión. Los materiales utilizados en el conjunto de la bomba, como la carcasa y el aislamiento del cable conductor, deben ser resistentes al calor y la acción química, y no deben sufrir ninguna reacción que afecte el contenido de cloro del líquido en la bomba.

A4.3.2 La copa de muestra, de platino, de 24 mm de diámetro exterior en la parte inferior, de 27 mm de diámetro exterior en la parte superior, de 12 mm de altura en el exterior y un peso de 10 a 11 g; de sílice fundida opaca, de forma ancha con un diámetro exterior de 29 mm en la parte superior, una altura de 19 mm y una capacidad de 5 ml (Nota A4.1), o níquel (forma de cápsula de Kawin), de diámetro superior de 28 mm, de 15 mm de altura, y una capacidad de 5 mL.

NOTA A4.1: los crisoles de sílice fundida son mucho más económicos y más duraderos que el platino. Después de cada uso, se deben lavar con un paño de esmeril fino y húmedo, calentar a fuego rojo opaco sobre un quemador, empaparse en agua caliente durante 1 h, luego se deben secar y almacenar en un desecador antes de volver a usarlos.

A4.3.3 Cable de encendido, de platino, de aproximadamente No. 26 B y calibre S.

A4.3.4 Circuito de encendido (Nota A4.2), capaz de suministrar suficiente corriente para encender el hilo de nylon o la absorción de algodón sin derretir el cable.

NOTA A4.2: El interruptor en el circuito de encendido debe ser de un tipo que permanezca abierto, excepto cuando el operador lo mantenga en posición cerrada.

A4.3.5 Hilo de coser de nylon, o mecha de algodón, blanco.

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

A4.3.6 Cromatógrafo de iones, que incluye una válvula de inyección, un bucle de muestra, guarda, separador y columnas supresoras, una célula de conductividad de pequeño volumen compensada por temperatura (6  $\mu\text{L}$  o menos) y un registrador de gráficos de tira capaz de responder a escala completa de 2s o menos. Un integrador electrónico de picos es Opcional. El cromatógrafo de iones debe ser capaz de suministrar de 2 a 5 ml de eluyente / min a una presión de 1400 a 6900 kPa.

A4.3.7 Columna separadora de aniones, con resina de intercambio de aniones granular de baja capacidad basada en estireno divinilbenceno capaz de resolver  $\text{Br}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ , y  $\text{SO}_4^{2-}$ ; de 4  $\times$  250 mm.

A4.3.8 Columna de protección, idéntica a la columna de separación, excepto de 4  $\times$  50 mm, para proteger la columna de separación de las incrustaciones por partículas o sustancias orgánicas.

A4.3.9 Columna supresora, resina de intercambio catiónico de alta capacidad capaz de convertir eluyente y aniones separados en sus formas ácidas.

A4.3.10 Jeringa, de capacidad mínima de 2 ml y equipada con un accesorio de presión macho.

#### **A4.4 Reactivos**

A4.4.1 Pureza de los reactivos: Se deben usar productos químicos de grado reactivo en todas las pruebas. A menos que se indique lo contrario, se pretende que todos los reactivos se ajusten a las especificaciones del Comité de Reactivos Analíticos de la Sociedad Química Americana (American Chemical Society), donde estén disponibles dichas especificaciones.<sup>9</sup> Pueden utilizarse otros grados siempre que se determine primero que el reactivo tiene la suficientemente alta pureza para permitir su uso sin disminuir la exactitud de la determinación.

A4.4.2 Agua desionizada o destilada, libre de interferencias en el límite mínimo de detección de cada constituyente y filtrada a través de un filtro de membrana de 0.2  $\mu\text{m}$  para evitar tapar las columnas.

A4.4.3 Solución de eluyente, bicarbonato de sodio-carbonato de sodio,  $\text{NaHCO}_3$  0.003M 0.002M  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ : disuelva 1.008 g de  $\text{NaHCO}_3$  y 1.0176 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  en agua y diluya a 4 l.

A4.4.4 Solución regeneradora 1,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 1 N, use este regenerante cuando el supresor no se regenera continuamente.

A4.4.5 Solución Regenerante 2,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 0.025 N, diluir 2.8 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrada a 4 L o 100 mL de solución regenerante 1 a 4 L. Usar este regenerante con fibra de regeneración continua sistema supresor.

A4.4.6 Soluciones aniónicas estándar, 1000 mg /L, preparar una serie de soluciones aniónicas estándar pesando la cantidad indicada de sal, se secan a un peso constante a 105 ° C, hasta 1000 ml. Almacenar en botellas de plástico en un refrigerador; Estas soluciones son estables durante al menos un mes.

Anión	Salas	Cantidad g/L
Cl <sup>-</sup>	NaCl	1.6486
F <sup>-</sup>	NaF	2.2100
Br <sup>-</sup>	NaBr	1.2876
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	NaNO <sub>3</sub>	1.3703
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	NaNO <sub>2</sub>	1.4998
PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup>	KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	1.4330
SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1.8141

A4.4.7 Solución Estándar de Trabajo Combinada, de Alto Rango: Combinar 10 ml de Cl<sup>-</sup>, F<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, y soluciones aniónicas estándar de PO<sub>4</sub><sup>-3</sup>, 1 ml de Br<sup>-</sup> y 100 ml de soluciones estándar de SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>, diluir a 1000 ml, y almacenar en una botella de plástico protegida de la luz; contiene 10 mg / L cada uno de Cl<sup>-</sup>, F<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, y PO<sub>4</sub><sup>-3</sup>, 1 mg Br<sup>-</sup> / L y 100 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> / L. Preparar fresco a diario.

A4.4.8 Solución Estándar de Trabajo Combinada, Rango Bajo— Diluir 100 ml de solución estándar de trabajo combinada, alta rango, hasta 1000 ml y almacenar en una botella de plástico protegida de la luz; contiene 1,0 mg / L cada uno Cl<sup>-</sup>, F<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, y PO<sub>4</sub><sup>-3</sup>, 0,1 mg Br<sup>-</sup> / L, y 10 mg SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> / L. Preparar fresco a diario.

A4.4.9 Soluciones Estándar de Trabajo Combinadas Alternativas— Preparar combinaciones apropiadas de acuerdo a la concentración de aniones para ser determinado. Si NO<sub>2</sub><sup>-</sup> y PO<sub>4</sub><sup>-3</sup> no están incluidos, El estándar de trabajo combinado es estable durante un mes.

#### A4.5 Preparación de la muestra

A4.5.1 Penetrantes, Reveladores, Emulsificadores, Aceites Magnéticos:

A4.5.1.1 Pesar 50 g de material de prueba en una placa de Petri de 150 mm.

A4.5.1.2 Coloque la placa de Petri de 150 mm en un horno de 194 ° F [90 ° C] a 212 ° F [100 ° C] durante 60 min.

A4.5.1.3 Deje que el material de prueba se enfríe a temperatura ambiente.

A4.5.2 Limpiadores Solventes:

A4.5.2.1 Tome el peso de tara de un plato de aluminio.

A4.5.2.2 Pesar 100 g del limpiador en el plato de aluminio.

A4.5.2.3 Coloque el plato de aluminio en una placa caliente en una campana extractora.

A4.5.2.4 Deje que el material se evapore hasta que el plato esté casi seco.

A4.5.2.5 Coloque el plato en un horno precalentado de 194 ° F [90 ° C] a 212 ° F [100 ° C] durante 10 min.

A4.5.2.6 Sacar el plato del horno y dejar enfriar.

A4.5.2.7 Vuelva a pesar el plato y registre el peso.

NOTA A4.3: Para limpiadores: si el residuo es inferior a 50 ppm, reporte el peso del residuo. Si el peso es mayor que 50 ppm, proceda con el procedimiento de la bomba.

#### A4.6 Procedimiento de descomposición

A4.6.1 Preparación de la bomba y la muestra: Corte un pedazo de Alambre de encendido de aproximadamente 100 mm de longitud. Enrolle la sección media (unos 20 mm) y fije los

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía,wmendozaws@gmail.com**

extremos libres a los terminales. Arregle la bobina para que quede por encima y hacia un lado de la copa de muestra. Coloque 5 ml de solución de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  /  $\text{NaHCO}_3$  en la bomba, coloque la tapa sobre la bomba, y agite vigorosamente durante 15 s para distribuir la solución sobre el interior de la bomba. Abra la bomba, coloque el vaso de lleno de muestra en el terminal soporte, e inserte un hilo corto entre el alambre de encendido y la muestra. El peso de la muestra utilizada no debe exceder 1 g. Si la muestra es sólida, agregue unas gotas de aceite blanco en este momento para asegurar la ignición de la muestra.

NOTA A4.4: El uso de pesos de muestra que contengan más de 20 mg de cloro puede causar la corrosión de la bomba. Para evitar esto, se recomienda que para muestras que contengan más del 2% de cloro, el peso de la muestra se base en lo siguiente:

Cloro	Muestra	Aceite blanco
Contenido, %	Peso, g	Peso, g
2 to 5	0.4	0.4
>5 to 10	0.2	0.6
>10 to 20	0.1	0.7
>20 to 50	0.05	0.7

Advertencia: no use más de 1 g en total de muestra y aceite blanco u otro material combustible libre de flúor.

A4.6.2 Adición de oxígeno: Coloque la copa de muestra en posición y coloque el hilo de nylon, o un poco de algodón, para que el extremo se sumerja en la muestra. Montar la bomba y apretar la tapa de forma segura. Ingrese oxígeno (vea la **Nota A4.5**) lentamente (para evitar soplar la muestra de la taza) hasta que se alcance una presión como se indica en la **Tabla A4.1**.

NOTA A4.5: se recomienda no agregar oxígeno o encender la muestra si la bomba ha sido sacudida, caída o inclinada.

A4.6.3 Combustión: Sumerja la bomba en un baño de agua fría. Conecte los terminales al circuito eléctrico abierto. Cerrar el circuito para encender la muestra. Retire la bomba del baño después de la inmersión durante al menos 10 minutos. Libere la presión a una velocidad lenta y uniforme, de modo que la operación requiera no menos de 1 minuto. Abre la bomba y examina los contenidos. Si se encuentran rastros de aceite sin quemar o depósitos de hollín, deseche la determinación, y limpie a fondo la bomba antes de volver a ponerla en uso.

A4.6.4 Recolección de la solución: Retire el recipiente de muestra con unas pinzas limpias y enjuague con agua desionizada y filtre los lavados en un matraz aforado de 100 ml. Enjuague las paredes de la carcasa de la bomba con un chorro fino de agua desionizada de una botella de lavado y agregue los lavados a través del papel de filtro al matraz. A continuación, enjuague la tapa de la bomba y los terminales y agregue lavados a través del filtro en el matraz volumétrico. Finalmente, añadir agua desionizada para llevar el contenido del matraz a la línea. Utilice alícuotas de esta solución para la cromatografía de iones. Análisis (IC).

Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)

## A4.7 Procedimiento

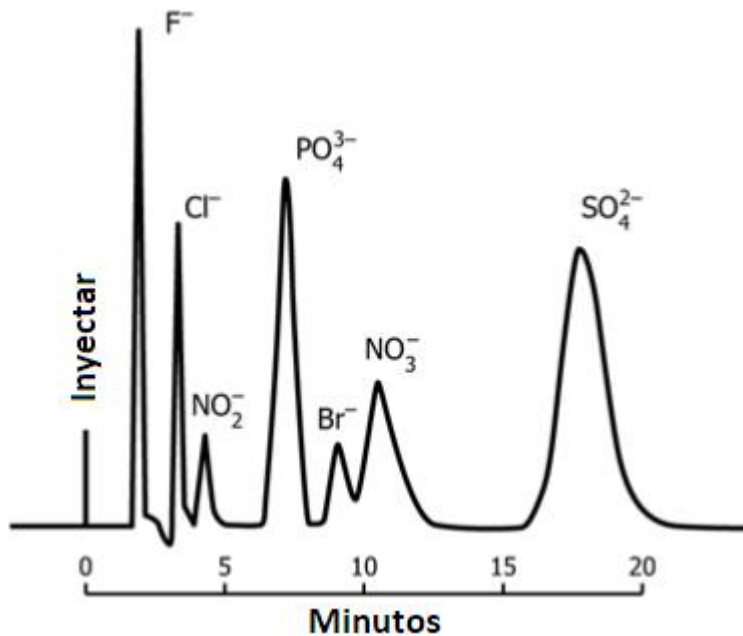
A4.7.1 Equilibrio del sistema: Encienda el cromatógrafo de iones y ajuste la velocidad de flujo del eluyente para aproximar la separación alcanzada en la **Fig. A4.1** (2 a 3 mL / min). Ajustar el detector a ajuste deseado (generalmente 10  $\mu$ mho) y deje que el sistema llegue a equilibrio (15 a 20 min). Una línea de base estable indica las condiciones de equilibrio. Ajustar la compensación del detector a cero conductividades del eluyente; con el supresor de fibra se ajusta la velocidad de flujo de regeneración para mantener la estabilidad, generalmente de 2.5 a 3 mL / min.

A4.7.1.1 Configure el cromatógrafo de iones de acuerdo con las instrucciones del fabricante.

TABLA A4.1 Presiones Manométricas

Capacidad de la Bomba, mL	Presiones Manométricas, atm.	
	mm <sup>A</sup>	máx.
300 a 350	38	40
>350 a 400	35	37
>400 a 450	30	32
>450 a 500	27	29

<sup>A</sup> Las presiones mínimas se especifican para proporcionar suficiente oxígeno para completar la combustión y que las presiones máximas presenten un requisito de seguridad.



A4.7.2 Calibración: Inyecte estándares que contengan un solo anión o una mezcla y determine los tiempos de retención aproximados. Los tiempos observados varían según las condiciones, pero si se usan columnas de separador de eluyente y de aniones estándar, la retención siempre está en el orden de F<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, Br<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup> y SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>. Inyecte al menos tres concentraciones diferentes para cada anión a medir y construya una curva de calibración trazando la altura del pico o área contra la concentración en papel cuadrado

**Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)**

lineal. Recalibrar cada vez que se cambie la configuración del detector. Con un sistema que requiera la regeneración del supresor, la interacción de  $\text{NO}_2$  con el supresor puede dar lugar a resultados erróneos de  $\text{NO}_2$ ; tome esta determinación solo cuando el supresor se encuentre en la misma etapa de agotamiento que durante la estandarización o recalibre con frecuencia. En este tipo de sistema, el sumergir en agua (ver **Nota A4.6**) puede cambiar ligeramente durante el agotamiento del supresor y con una columna de ejecución rápida, esto puede provocar una ligera interferencia para  $\text{F}^-$  o  $\text{Cl}^-$ . Para eliminar esta interferencia, analice los estándares que acompañan el resultado esperado o elimínela inmersión de agua diluyendo la muestra con eluyente o agregando eluyente concentrado a la muestra para obtener la misma concentración de  $\text{HCO}_3^- / \text{CO}_3^{2-}$  que en el eluyente. Si se realizan ajustes de muestra, ajuste los estándares y los espacios en blanco de manera idéntica. Tanto la calibración como el cálculo de los resultados se pueden realizar manualmente o mediante el uso de una computadora y el software apropiado.

NOTA A4.6: La inmersión en agua se produce porque la conductividad del agua en la muestra es menor que la conductividad del eluyente (el eluyente se diluye con agua).

A4.7.2.1 Si se establece la linealidad para una configuración de detector dada, es aceptable calibrar con un solo estándar. Registre la altura o área del pico y el tiempo de retención para permitir el cálculo del factor de calibración, F.

A4.7.3 Análisis de la muestra: Elimine las partículas de la muestra, si es necesario, filtrando a través de un filtro de membrana prelavado de  $0,2 \mu\text{m}$  de poro y diámetro. Utilizando una jeringa de prelavado de capacidad de 1 a 10 ml. equipada con una muestra de inyección luer macho o estándar. Inyecte suficiente muestra para enjuagar el bucle de muestra varias veces: para 0.1 ml, inyecte un bucle de al menos 1 ml. Cambie de cromatografía de iones desde la carga hasta el modo de inyección y registre las alturas máximas y los tiempos de retención en el registrador de gráficos de banda. Después de que aparece el último pico ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) y la señal de conductividad vuelve a la línea base, se puede inyectar otra muestra.

A4.7.4 Regeneración: Para sistemas sin supresor de fibra, regenerar con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1N de acuerdo con las instrucciones del fabricante cuando la línea base de conductividad excede  $300 \mu\text{mho}$  cuando la columna supresora está en línea.

## A4.8 Cálculo

A4.8.1 Calcule la concentración de cada anión, en mg / L, haciendo referencia a la curva de calibración apropiada. Alternativamente, cuando se muestra que la respuesta es lineal, use lo siguiente ecuación:

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

Donde:

C = mg anión/L,

H = Altura o área del pico,

F = factor de respuesta – concentración de estándar / altura (o área) de estándar, y

D = Factor de dilución para aquellas muestras que requieran dilución.

Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)

## A4.9 Precisión y Parcialidad

A4.9.1 Las muestras de agua reactiva a las que se agregaron los aniones comunes se analizaron en 15 laboratorios con los resultados que se muestran en la **Tabla A4.2**.

Anión	Cantidad Agregada. Mg/L	Cantidad Encontrada, mg/L	Precisión Total, mg/L	Precisión del Operador Simple, mg/L	Parcialidad Significante Nivel del 95%
F <sup>-</sup>	0.48	0.49	0.05	0.03	No
F <sup>-</sup>	4.84	4.64	0.52	0.46	No
Cl <sup>-</sup>	0.76	0.86	0.38	0.11	No
Cl	17	17.2	0.82	0.43	No
Cl	455	471	46	13	No
NO <sub>2</sub>	0.45	0.09	0.09	0.04	Si, neg.
NO <sub>2</sub>	21.8	19.4	1.9	1.3	Si, neg.
Br <sup>-</sup>	0.25	0.25	0.04	0.02	No
Br <sup>-</sup>	13.7	12.9	1.0	0.6	No
PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup>	0.18	0.10	0.06	0.03	Yes, neg.
PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup>	0.49	0.34	0.15	0.17	Yes, neg.
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.50	0.33	0.16	0.03	No
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	15.1	14.8	1.15	0.9	No
SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	0,51	0.53	0.07	0.03	No
SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	43.7	43.5	2.5	2.2	No

### RESUMEN DE CAMBIOS

El Comité E07 ha identificado la ubicación de los cambios seleccionados en esta norma desde la última edición (E165 / E165M-12) que puede afectar el uso de esta norma.

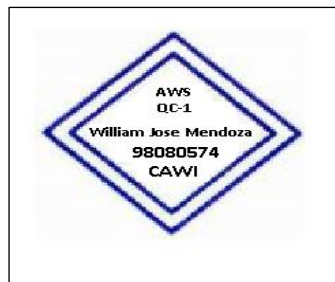
- (1) Añadido a **2.1**: Especificación **D329**, Especificación **D770** y Práctica **E3022**; Varios cambios editoriales a la **Sección 2**.
- (2) A lo largo del documento, se cambió "luz negra" y "ultravioleta" a "UV-A".
- (3) Se eliminaron las referencias a MIL-I-25135 y QPL-25135.
- (4) Se modificó el criterio de tiempo máximo de desarrollo en **8.5.1**.
- (5) Se agregó la distancia recomendada de la boquilla de rociado de la pieza durante el lavado en 8.6.1.1.
- (6) Suprimido 8.6.1.2 y texto combinado con **8.6.4**.
- (7) Se reordenó **8.6.4** para incluir 8.6.1.2 y observar que el lavado debe ocurrir bajo la iluminación apropiada para la técnica.
- (8) Actualizado **8.9.1.1** para abordar la pérdida de intensidad del LED después del calentamiento y recomendar una mayor intensidad para compensar.
- (9) Se agregó ISO 9712 para alinear la redacción con otros documentos de ASTM.
- (10) Se agregó ">" a tres rangos en las tablas en **A3.1** y **A4.1**.
- (11) Cambios editoriales a lo largo.

ASTM International no toma ninguna posición respecto a la validez de cualquier derecho de patente afirmado en relación con cualquier artículo mencionado en esta norma. A los **Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía,wmendozaws@gmail.com**

usuarios de esta norma se les informa expresamente que la determinación de la validez de dichos derechos de patente y el riesgo de infracción de tales derechos son responsabilidad suya.

Esta norma está sujeta a revisión en cualquier momento por el comité técnico responsable y debe revisarse cada cinco años y, si no se revisa, se vuelve a aprobar o retirar. Se invita a sus comentarios para la revisión de esta norma o para normas adicionales y deben dirigirse a la sede internacional de ASTM. Sus comentarios recibirán una cuidadosa consideración en una reunión del comité técnico responsable, a la que puede asistir. Si considera que sus comentarios no han recibido una audiencia imparcial, debe dar a conocer sus opiniones al Comité de Normas de ASTM, en la dirección que se muestra a continuación.

Este estándar está protegido por los derechos de autor de ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, Estados Unidos. Se pueden obtener reimpresiones individuales (copias únicas o múltiples) de esta norma comunicándose con ASTM a la dirección antes mencionada o al 610-832-9585 (teléfono), 610-832-9555 (fax) o [service@astm.org](mailto:service@astm.org) (e- correo); o a través del sitio web de ASTM ([www.astm.org](http://www.astm.org)). Los derechos de permiso para fotocopiar la norma también se pueden obtener del Centro de Autorización de Derechos de Autor, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, teléfono: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>



Prohibida la reproducción parcial o total de este documento por cualquier vía, [wmendozaws@gmail.com](mailto:wmendozaws@gmail.com)