

UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN ANTONIO ABAD DEL CUSCO
FACULTAD DE INGENIERÍA GEOLÓGICA, MINAS Y METALÚRGICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA METALÚRGICA



TESIS

CONTROL DE CALIDAD POR LÍQUIDOS PENETRANTES EN UNIONES SOLDADAS POR EL PROCESO SMAW EN TUBERÍAS DE ACERO ASTM A-53 PARA EL TRANSPORTE DE AGUA SALINA EN EL PROYECTO DE HUMECTACIÓN STOCK DE CRUDOS LADO NOR-ESTE EN SHOUGANG HIERRO PERÚ (TRABAJO DE INVESTIGACIÓN)

PRESENTADO POR:

Br. DENNIS ESQUIVEL GARCIA

Br. JESUS UBALDO MAMANI CONDORI

**PARA OPTAR AL TITULO PROFESIONAL
DE INGENIERO METALURGICO**

ASESOR:

Mg. VICTOR MELECIO DUEÑAS AQUISE

CUSCO – PERÚ

2024

INFORME DE ORIGINALIDAD

(Aprobado por Resolución Nro. CU-303-2020-UNSAAC)

El que suscribe, Asesor del trabajo de investigación/tesis titulada: "CONTROL DE CALIDAD POR LIQUIDOS PENETRANTES EN UNIONES SOLDADAS POR EL PROCESO STAW EN TUBERIAS DE ACERO ASTM A-53 PARA EL TRANSPORTE DE AGUA SALINA EN EL PROYECTO DE HUMECTACION STOCK DE CRUDOS LADO NOR-ESTE EN SHOUKANG HIERRO PERU" (TRABAJO DE INVESTIGACION)

presentado por: DENNIS ESQUIVEL GARCIA con DNI Nro.: 74037063 presentado por: JESUS UBALDO TAMANI CONDORES con DNI Nro.: 47640689 para optar el título profesional/grado académico de

INGENIERO METALURGICO

Informo que el trabajo de investigación ha sido sometido a revisión por 01 veces, mediante el Software Antiplagio, conforme al Art. 6° del Reglamento para Uso de Sistema Antiplagio de la UNSAAC y de la evaluación de originalidad se tiene un porcentaje de 2%.

Evaluación y acciones del reporte de coincidencia para trabajos de investigación conducentes a grado académico o título profesional, tesis

Porcentaje	Evaluación y Acciones	Marque con una (X)
Del 1 al 10%	No se considera plagio.	X
Del 11 al 30 %	Devolver al usuario para las correcciones.	
Mayor a 31%	El responsable de la revisión del documento emite un informe al inmediato jerárquico, quien a su vez eleva el informe a la autoridad académica para que tome las acciones correspondientes. Sin perjuicio de las sanciones administrativas que correspondan de acuerdo a Ley.	

Por tanto, en mi condición de asesor, firmo el presente informe en señal de conformidad y adjunto la primera página del reporte del Sistema Antiplagio.

Cusco, 28 de noviembre de 2024

Firma

Post firma: Victor Melecio Dueñas Aguirre

Nro. de DNI: 29378517

ORCID del Asesor: 0000-0002-6459-9804

Se adjunta:

1. Reporte generado por el Sistema Antiplagio.
2. Enlace del Reporte Generado por el Sistema Antiplagio: oid: 27259:410014213

• **Dennis Esquivel Garcia y • J**

CONTROL DE CALIDAD POR LÍQUIDOS PENETRANTES EN UNIONES SOLDADAS POR EL PROCESO SMAW EN TUBERÍAS ...

 Universidad Nacional San Antonio Abad del Cusco

Detalles del documento

Identificador de la entrega

trn:oid:::27259:410014213

Fecha de entrega

27 nov 2024, 8:31 a.m. GMT-5

Fecha de descarga

27 nov 2024, 8:46 p.m. GMT-5

Nombre de archivo

TESIS METALURGIA 25.11.2024.docx

Tamaño de archivo

29.7 MB

129 Páginas

17,526 Palabras

96,984 Caracteres

2% Similitud general

El total combinado de todas las coincidencias, incluidas las fuentes superpuestas, para ca...




Filtrado desde el informe

- ▶ Bibliografía
- ▶ Texto mencionado
- ▶ Coincidencias menores (menos de 30 palabras)

Exclusiones


- ▶ N.º de coincidencias excluidas

Fuentes principales

- 1%  Fuentes de Internet
- 0%  Publicaciones
- 2%  Trabajos entregados (trabajos del estudiante)

Marcas de integridad

N.º de alerta de integridad para revisión

-  **Caracteres reemplazados**
32 caracteres sospechosos en N.º de páginas
Las letras son intercambiadas por caracteres similares de otro alfabeto.

Los algoritmos de nuestro sistema analizan un documento en profundidad para buscar inconsistencias que permitirían distinguirlo de una entrega normal. Si advertimos algo extraño, lo marcamos como una alerta para que pueda revisarlo.

Una marca de alerta no es necesariamente un indicador de problemas. Sin embargo, recomendamos que preste atención y la revise.

DEDICATORIA

Dedico este trabajo principalmente a Dios, por haberme permitido estar vivo y conocer lo maravilloso que es la vida y permitirme el haber llegado hasta este momento tan importante de mi formación profesional. A mi familia, por su amor y apoyo incondicional durante todo mi camino académico. A mi madre Antonia García, por ser el pilar más importante y por demostrarme siempre su amor y apoyo incondicional sin importar los momentos y circunstancias, admiro su fortaleza, dedicación y su lucha diaria por un mejor mañana. A mi padre Santos Esquivel, y hermanos por demostrarme la perseverancia de continuar por los sueños.

Dedicar este trabajo a las personas que han sido fundamentales en mi camino académico es un honor y un privilegio. Han sido mis compañeros de viaje, mis guías, mis mentores y mis amigos. Su apoyo incondicional, su paciencia y su motivación han sido la fuerza impulsora detrás de cada paso que he dado en esta larga travesía. A mis amigos y colegas, por su inspiración, su amistad y sus valiosas contribuciones a mi investigación.

Dennis Esquivel García

DEDICATORIA

Dedico esta tesis a mi linda madre Mercedes, quien ha estado en todo momento, dándome la fuerza para no rendirme cuando creía que no podía, quien ha sido mi soporte emocional que con sus palabras me llena de entusiasmo y amor para llegar a esta etapa de mi vida, A mi padre Pascual, quien ha estado siempre cuidándome y guiándome constantemente con su ejemplo de trabajo y dedicación.

A mi hermano que siempre ha estado junto a mí y brindándome su apoyo.

A mi familia en general, porque me han brindado su apoyo incondicional y por compartir conmigo buenos y malos momentos.

Jesús Ubaldo Mamani Condori

AGRADECIMIENTOS

A nuestra querida alma mater, Universidad Nacional de San Antonio Abad del Cusco, a los docentes de la escuela profesional de Ingeniería Metalúrgica que nos prepararon y guiaron en nuestra formación profesional, a la empresa minera Shougang Hierro Perú, por abrirnos las puertas y brindarnos las facilidades de ser parte de su proyecto y poder desarrollar el trabajo de investigación.

Dennis Esquivel García

Jesus Ubaldo Mamani Condori

ÍNDICE

DEDICATORIA	ii
AGRADECIMIENTOS	iv
ÍNDICE	v
ÍNDICE DE TABLAS	ix
ÍNDICE DE FIGURAS	x
PRESENTACION	xii
RESUMEN	xiii
ABSTRACT	xiv
INTRODUCCIÓN	xv
CAPITULO I	1
METODOLOGIA DE LA INVESTIGACION	1
1.1 Planteamiento del Problema	1
1.2 Formulación del Problema Objeto de Investigación.....	2
1.2.1 Problema General	2
1.2.2 Problemas específicos.....	2
1.3 Justificación e Importancia	3
1.3.1 Justificación Tecnológica.....	3
1.3.2 Justificación Ambiental	3
1.3.3 Justificación Económica	4
1.3.4 Justificación Social.....	4
1.4 Importancia	5
1.5 Objetivos General y Específicos	5
1.5.1 Objetivo General	5
1.5.2 Objetivos específicos.....	5
1.6 Hipótesis.....	6
1.6.1 Hipótesis General	6
1.6.2 Hipótesis específicas	6
1.7 Variables Dependientes e Independientes	7
1.7.1 Variable Dependiente	7
1.7.2 Variables Independientes	7
1.7.3 Variables Operativas	8
1.8 Tipo o Nivel de Investigación	8

1.8.1	Descriptivo.....	8
1.8.2	Correlacional.....	8
1.9	Población y Muestra.....	9
1.9.1	Población.....	9
1.9.2	Muestra.....	9
1.10	Técnicas e Instrumentos de Recolección de Datos.....	9
1.10.1	Técnicas.....	9
1.11	Viabilidad.....	9
CAPITULO II.....		10
MARCO TEORICO.....		10
2.1	Antecedentes Internacionales y Nacionales.....	10
2.1.1	Antecedentes internacionales.....	10
2.1.2	Antecedentes Nacionales.....	11
2.2	Empresa Shougang Hierro Perú S.A.A.....	11
2.3	Tubería de Acero ASTM A53.....	12
2.3.1	Aplicaciones de ASTM A53.....	13
2.3.2	Composición Química.....	13
2.3.3	Propiedades mecánicas del acero ASTM A53.....	14
2.4	Códigos Aplicables para ensayo por líquidos penetrantes.....	14
2.5	Ensayos no Destructivos.....	16
2.5.1	Objetivos de los END.....	17
2.5.2	Técnicas de Inspección Superficial.....	17
2.5.3	Técnicas de Inspección Volumétrica.....	18
2.5.4	Técnicas de Inspección de la Integridad o de la Hermeticidad.....	18
2.5.5	Clasificación END según el método físico:.....	19
2.5.6	Clasificación END según la posición del defecto:.....	19
2.5.7	Ventajas de los ensayos no destructivos:.....	20
2.5.8	Calidad en los END.....	20
2.5.9	Ensayo por Tintes Penetrantes.....	23
2.5.9.1	Ventajas de los tintes penetrantes.....	24
2.5.9.2	Desventajas de los tintes penetrantes.....	25
2.5.9.3	Clasificación y método de tintes penetrantes.....	26
2.5.9.4	Principios de la inspección por tintes penetrantes.....	30

2.5.9.4.1	Característica del tinte penetrante.....	30
2.5.9.4.2	Mecanismo de acción de los tintes penetrantes.....	31
2.5.9.5	Método de aplicación de tintes penetrantes.....	35
2.5.9.6	Interpretación de la inspección de tintes penetrantes.....	41
2.5.9.6.1	Evaluación de indicaciones.....	41
2.5.9.7	Códigos de construcción.....	46
2.5.9.7.1	Secciones del Código ASME.....	47
2.5.9.7.2	Normas para ensayos de tintas penetrantes.....	47
2.6	Discontinuidades en Soldadura.....	48
2.6.1	Discontinuidades Superficiales.....	48
2.6.2	Discontinuidades Internas.....	53
2.6.3	Discontinuidades Como Inclusiones.....	57
CAPITULO III	61
TRABAJO EXPERIMENTAL	61
3.1	Documentos de Referencia.....	61
3.2	Materiales.....	61
3.2.1	Características de los Tintes Penetrantes.....	62
3.2.2	Características Técnicas de la Tubería.....	63
3.2.3	Características de las Bridas.....	63
3.2.4	Condiciones de Soldabilidad.....	64
3.2.5	Especificaciones de generales del ensayo.....	65
3.2.6	Especificaciones de Técnica de Ensayo Aplicado.....	65
3.2.7	Procedimiento para Realizar el Ensayo por Tintes Penetrantes.....	65
3.2.7.1	Condiciones que deben tener en cuenta en las operaciones para ensayo por tintes penetrantes.....	67
3.2.8	Criterios de Aceptación.....	69
3.2.9	Detección de discontinuidades.....	71
3.3	Resultados y Discusión.....	79
CAPITULO IV	81
CONCLUSIONES	81
CAPITULO V	82
RECOMENDACIONES	82
REFERENCIA BIBLIOGRÁFICA	83

ANEXOS 85

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 <i>Propiedades químicas (%)</i>	14
Tabla 2 <i>Propiedades mecánicas del acero ASTM A53</i>	14
Tabla 3 <i>Clasificación END según el método físico</i>	19
Tabla 4 <i>Clasificación END según la posición del defecto</i>	19
Tabla 5 <i>Clasificación de los tipos de examen de tintes penetrantes y métodos</i>	27
Tabla 6 <i>Clasificación de materiales penetrantes según SAE AMS 2644</i>	28
Tabla 7 <i>Secciones del Código ASME</i>	47
Tabla 8 <i>Dimensiones de la tubería</i>	63
Tabla 9 <i>Características de la brida</i>	63
Tabla 10 <i>Condiciones de soldabilidad</i>	64
Tabla 11 <i>Individualización del ensayo</i>	65
Tabla 12 <i>Especificación técnica del ensayo aplicado en las juntas soldadas</i>	65
Tabla 13 <i>Criterio de Aceptación PT, ASME B31.3-2018</i>	71
Tabla 14 <i>Resultado de inspección de juntas – Semana I</i>	72
Tabla 15 <i>Porcentaje de defectos en la inspección de juntas por END</i>	72
Tabla 16 <i>Resultado de inspección de juntas – Semana II</i>	73
Tabla 17 <i>Porcentaje de defectos en la inspección de juntas por END, Semana I</i>	74
Tabla 18 <i>Resultado de inspección de juntas – Semana III</i>	75
Tabla 19 <i>Porcentaje de defectos en la inspección de juntas por END, Semana III</i>	75
Tabla 20 <i>Resultado de inspección de juntas – Semana IV</i>	76
Tabla 21 <i>Porcentaje de defectos en la inspección de juntas por END, Semana IV</i>	77
Tabla 22 <i>Resultado de inspección de juntas – Semana V</i>	78
Tabla 23 <i>Porcentaje de defectos en la inspección de juntas por END, Semana V</i>	78
Tabla 24 <i>Resumen de las discontinuidades encontradas</i>	79
Tabla 25 <i>Porcentaje de defectos en la inspección de juntas por END, Resumen Total</i>	80

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 <i>Vista panorámica del stok de crudos lado Nor Oeste – paquete N° 06 en Shougang Hierro Perú S.A.A.</i>	12
Figura 2 <i>Inspección mediante tinte penetrantes a tuberías</i>	24
Figura 3 <i>Inspección mediante tinte penetrantes fluorescentes</i>	29
Figura 4 <i>Inspección mediante tinte penetrantes visibles.</i>	30
Figura 5 <i>Ángulos de contacto entre la superficie líquida y superficie sólida</i>	32
Figura 6 <i>Aumento y depresión del líquido en un tubo capilar dependen del ángulo de contacto.</i>	32
Figura 7 <i>Proceso básico de inspección por tintes penetrantes</i>	36
Figura 8 <i>Diagrama de flujo del proceso de penetrante lavable con agua (Método A)</i>	37
Figura 9 <i>Diagrama de flujo del proceso del proceso de aplicación de tintes penetrantes (Método B)</i>	38
Figura 10 <i>Diagrama de flujo del proceso del proceso de aplicación de tintes penetrantes removible con solvente (Método C)</i>	39
Figura 11 <i>Diagrama de flujo del proceso del proceso de aplicación de tintes penetrantes hemofílica post emulsionable (Método D)</i>	40
Figura 12 <i>Gráfico de indicaciones lineales continuas</i>	42
Figura 13 <i>Gráfico de indicación lineal intermitente</i>	43
Figura 14 <i>Gráfico de indicaciones redondas</i>	43
Figura 15 <i>Macrofotografía de grieta por fatiga.</i>	45
Figura 16 <i>Fotografía de grieta de corrosión bajo tensión.</i>	46
Figura 17 <i>Exceso de penetración.</i>	49
Figura 18 <i>Falta de penetración.</i>	49
Figura 19 <i>Concavidad externa</i>	50
Figura 20 <i>Concavidad interna.</i>	50
Figura 21 <i>Socavaduras o mordeduras de borde.</i>	51
Figura 22 <i>Quemado</i>	52
Figura 23 <i>Salpicaduras de metal.</i>	52
Figura 24 <i>Falta de continuidad del cordón.</i>	53
Figura 25 <i>Fisuras longitudinales</i>	53

Figura 26 <i>Fisuras transversales.</i>	54
Figura 27 <i>Fisura de interrupción</i>	54
Figura 28 <i>Fisuras en la zona afectada por el calor.</i>	55
Figura 29 <i>Falta de penetración.</i>	55
Figura 30 <i>Falta de fusión.</i>	56
Figura 31 <i>Falta de fusión</i>	57
Figura 32 <i>Inclusiones gaseosas.</i>	57
Figura 33 <i>Porosidad agrupada</i>	58
Figura 34 <i>Porosidad alineada.</i>	58
Figura 35 <i>Inclusiones no metálicas.</i>	59
Figura 36 <i>Inclusión de escoria aisladas.</i>	59
Figura 37 <i>Escorias alineadas.</i>	60
Figura 38 <i>Desalineado</i>	60
Figura 39 <i>Kit de tintes penetrantes</i>	62
Figura 40 <i>Brida de unión con la tubería.</i>	64
Figura 41 <i>Limpieza del cordón con el líquido removedor</i>	66
Figura 42 <i>Rociado del líquido penetrante.</i>	66
Figura 43 <i>Junta de soldadura cubierto por el revelador.</i>	67
Figura 44 <i>Gráfico de inspección de juntas por END – Líquidos penetrantes</i>	73
Figura 45 <i>Gráfico de inspección de juntas por END, Semana II</i>	74
Figura 46 <i>Gráfico de inspección de juntas por END, Semana III</i>	76
Figura 47 <i>Gráfico de inspección de juntas por END, Semana IV</i>	77
Figura 48 <i>Gráfico de inspección de juntas por END, Semana V</i>	79
Figura 49 <i>Gráfico de inspección de juntas por END, Resumen Total</i>	80

PRESENTACION

SEÑOR DECANO DE LAS FACULTAD DE INGENIERIA GEOLOGICA MINAS Y METALURGICA.

SEÑORES DOCENTES, MIEMBROS DEL JURADO

Cumpliendo con las disposiciones del Reglamento de Grados y Títulos vigente de la Escuela profesional de Ingeniería Metalúrgica y con el objeto de optar al Título Profesional de Ingeniero Metalúrgico, ponemos a vuestra disposición la tesis colectiva intitulada: “Control de calidad por líquidos penetrantes en uniones soldadas por el proceso SMAW en tuberías de acero ASTM A-53 para el transporte de agua salina en el proyecto de humectación Stock de Crudos lado Nor-Oeste en Shougang Hierro Perú.

El presente trabajo de investigación sirve como una guía orientativa para quienes se dedican a la inspección de cordones de soldadura por líquidos penetrantes en las diferentes industrias.

Dennis Esquivel García

Jesús Ubaldo Mamani Condori

RESUMEN

El objetivo del presente estudio es Evaluar la influencia del control de calidad mediante ensayos no destructivos por líquidos penetrantes en la detección de discontinuidades superficiales en las uniones soldadas por el proceso SMAW en tuberías de acero ASTM A-53 utilizadas para el transporte de agua salina en el proyecto de humectación stock de crudos lado nor-oeste en Shougang Hierro Perú." Este trabajo se realizó en la compañía minera Shougan Hierro- Perú, ubicado en Nazca. Este control de calidad fue parte del trabajo realizado por una empresa contratista que tendió una red de tubería para abastecimiento de agua salina. Para el estudio se utilizaron 60 tubos de acero ASTM A53, los cuales fueron soldados a una brida de unión, dichas uniones fueron ensayados mediante líquidos penetrantes para determinar la sanidad de los depositos, finalizando dicho trabajo de investigación con la siguiente conclusión: La implementación de un control de calidad mediante ensayos no destructivos por líquidos penetrantes mejora significativamente la identificación de discontinuidades superficiales en las uniones soldadas por SMAW en las tuberías de acero ASTM A-53. Esto contribuye a optimizar la integridad estructural de las tuberías destinadas al transporte de agua salina, reduciendo el riesgo de fugas y posibles fallas en el sistema de humectación de stock de crudos en Shougang Hierro Perú. Esta metodología de inspección puede establecerse como un estándar confiable para proyectos de transporte de agua en entornos similares.

Palabras clave: Líquidos penetrantes, Tubería ASTM A53, SMAW

ABSTRACT

The objective of the present study is to evaluate the influence of quality control through non-destructive testing using penetrating liquids on the detection of surface discontinuities in joints welded by the SMAW process in ASTM A-53 steel pipes used for the transportation of saline water in the north-west side crude oil stock humidification project in Shougang Hierro Peru." This work was carried out in the Shougang Hierro-Peru mining company, located in Nazca. This quality control was part of the work carried out by a contractor company that carried out a pipe network for supplying saline water. For the study, 60 ASTM A53 steel tubes were used, which were welded to a union flange. These joints were tested using penetrating liquids to determine the health of the tanks, concluding said work. research with the following conclusion: The implementation of quality control through non-destructive testing using penetrating liquids significantly improves the identification of surface discontinuities in SMAW welded joints in ASTM A-53 steel pipes. This contributes to optimizing the structural integrity of the pipelines intended for the transportation of saline water, reducing the risk of leaks and possible failures in the crude oil stock humidification system at Shougang Hierro Peru. This inspection methodology can be established as a reliable standard for water transportation projects in similar environments.

Keywords: Penetrating liquids, ASTM A53 pipe, SMAW

INTRODUCCIÓN

Shougang Hierro Perú S.A.A. es una empresa minera dedicada a la extracción y procesamiento de mineral de hierro, uno de los componentes de la operación minera es el uso de Stock's, los cuales vienen a ser apilamientos de material mineralizado, donde el objetivo de los mismos es el de resguardar, proteger y mantener su contenido de acuerdo a parámetros establecidos según las características del material mineralizado. Es por ello que con frecuencia se requiere la fabricación de diferentes componentes con propiedades físicas y mecánicas extremas para cumplir con los requerimientos del uso de los mismos, respecto a su uso en específico en la unidad minera.

El Organismo de Evaluación y Fiscalización Ambiental (OEFA) ordenó a la empresa Shougang Hierro Perú S.A.A, paralizar de forma inmediata el transporte y almacenamiento de mineral; así como el almacenamiento de concentrado que se viene realizando en las instalaciones de la nueva planta de beneficio de Shougang, de la unidad fiscalizable Marcona, en el distrito de Marcona, provincia de Nazca, departamento de Ica, hasta que implemente medidas de manejo ambiental para controlar la dispersión de material particulado que puede provocar alteraciones al ambiente de la bahía San Nicolas.

Durante acciones de supervisión, el OEFA detectó fugas de material particulado proveniente del stock de crudos y stock de concentrado de hierro de la planta Marcona que, por la falta de controles ambientales y acción del viento, se dispersaban en dirección a la bahía San Nicolás. En ese sentido, se ordenó a Shougang implementar de forma inmediata medidas de manejo ambiental para evitar que el material particulado se disperse hacia los alrededores de la bahía

Asimismo, la empresa deberá presentar, en un plazo máximo de cinco (5) días, un cronograma de remediación del área comprometida. Dicho cronograma abarcará las zonas de influencia del litoral de la bahía e incluirá los componentes agua, suelo, sedimentos, flora, fauna y especies hidrobiológicas.

En caso de que la empresa no cumpla con las medidas impuestas se impulsarán las acciones administrativas, civiles y penales correspondientes.

El OEFA continuará dictando medidas administrativas cuando se evidencie la afectación al ambiente o a la salud de las personas, y realizará el seguimiento del cumplimiento de dichas medidas por parte de las empresas supervisadas.

Para el presente proyecto se buscará la óptima humectación de un Stock de crudos de mineral de hierro ubicado en el lado nor-oeste de la unidad minera, a través de una soldadura in situ óptima de los componentes acerados a unir, para ello se evaluará diversas metodologías aplicables a los tubos de aceros que realizaran la humectación, las cuales sean de fácil aplicación y resultados confiables, de este modo se garantizara la protección del material en un tiempo óptimo y su adecuada humectación sin tener polución y contaminación del medio ambiente en todo el perímetro denominado paquete 06.

Se tuvo como objetivo mejorar la humectación del stock de mineral de hierro para evitar la polución de partícula mineralizada suspendida y contaminación del medio ambiente.

Se tuvo como resultado final la instalación de tuberías de acero ASTM A-53 en 600 metros lineales en el lado Nor-Oeste del paquete 06, con un alcance del proyecto que consta de instalación de una troncal de tuberías de 6" Sch 80, Sch 40 y tubería de 4" Sch 80, de esta manera hacer una

derivación con tuberías de 2" hacia la descarga con toberas de 1-1/2", para la humectación del stock del lado Nor oeste de paquete 6.

El estudio se centrará en mantener condiciones que aseguren un buen comportamiento, una buena calidad de soldeo en los tubos de acero ASTM A-53 tanto del ciclo térmico de la soldadura y definir un adecuado control de calidad en uniones soldadas de las tuberías que serán usadas como medio para el transporte de agua salina en el proyecto de humectación Stock de Crudos lado Nor-Oeste en Shougang Hierro Perú.

Como aporte y confiabilidad de las uniones soldadas en este proyecto de humectación Stock de Crudos lado Nor-Oeste en Shougang Hierro Perú se utilizara la inspección por líquidos penetrantes que es el procedimiento de tipo físicoquímico, para detectar y evaluar discontinuidades presentes en la superficie de los materiales.

Se pueden analizar grietas, porosidades, traslapes o anclajes, costuras etc con un alto grado de confiabilidad, aplicándose a materiales metálicos como ser : fundiciones de acero, aluminios, aleaciones de aluminio, titanio, materiales no metálicos como: vidrios, cerámicos, plásticos, y piezas de forma irregular que no pueden ser inspeccionadas por otro método o localizadas en lugares donde no exista una fuente de energía.

Los líquidos penetrantes poseen la propiedad de filtrarse a través de las discontinuidades que presentan los materiales basándose en la acción capilar, siendo esta la capacidad que poseen los líquidos de ascender y descender por dos paredes cercanas entre si. También se basa en el principio físico de cohesión, viscosidad, adhesión y tensión superficial, dándonos así la confiabilidad de que el proceso de soldadura SMAW fue eficiente, donde se descartara posibles

discontinuidades en el proyecto de humectación Stock de Crudos lado Nor-Oeste en Shougang Hierro Perú.

Dentro del proceso SMAW 6G que es una técnica de soldadura que se realiza en tuberías biseladas de acero al carbono, en la que el tubo se coloca en un ángulo de 45 grados se usó las tuberías de acero ASTM A-53 los cuales por las condiciones ambientales donde se ejecutara el proyecto de humectación Stock de Crudos lado Nor-Oeste en Shougang Hierro Perú presento problemas en el proceso de soldeo, ya que las correntadas de viento que se tiene en la bahía San Nicolas llegan a oscilar entre 28 a 30 Km/h durante las horas del día, lo cual generaba una mala fusión de metal de aporte con el metal base de la tubería, se observó que se tenía socavaciones y los depósitos del cordón en pase de raíz no eran homogéneos.

Se contrarresto este problema generado por las correntadas de viento con cámaras (carpas) de aislamiento de tejido poliéster de alta tenacidad recubierto en PVC por ambos lados impermeable con protección UV, de esta manera se logro mitigar el problema presente.

CAPITULO I

METODOLOGIA DE LA INVESTIGACION

1.1 Planteamiento del Problema

En el proyecto de humectación de stock de crudos lado nor-oeste en Shougang Hierro Perú, las tuberías de acero ASTM A-53 son utilizadas para el transporte de agua salina. Estas tuberías, que están unidas mediante el proceso de soldadura SMAW (Shielded Metal Arc Welding), deben garantizar un alto nivel de integridad estructural y resistencia a la corrosión para evitar fugas, fallos estructurales o contaminación del sistema.

Sin embargo, existe una preocupación respecto a la calidad de las uniones soldadas debido a las condiciones exigentes en las que operan estas tuberías, expuestas a ambientes corrosivos y presiones elevadas. Las uniones defectuosas pueden comprometer la seguridad y la eficiencia del sistema de transporte de agua salina, aumentando el riesgo de paradas de operación, reparaciones costosas y daños ambientales.

Por lo tanto, el problema central de esta investigación es determinar la eficacia del control de calidad mediante ensayos no destructivos, específicamente a través de líquidos penetrantes, para identificar y evaluar la presencia de discontinuidades superficiales en las soldaduras de las tuberías de acero ASTM A-53. Esto permitirá establecer un control adecuado para asegurar la confiabilidad de las uniones soldadas y minimizar el riesgo de fallos en la operación del sistema.

1.2 Formulación del Problema Objeto de Investigación

1.2.1 Problema General

Se podrá garantizar el control de calidad mediante ensayos no destructivos por líquidos penetrantes en la detección de discontinuidades superficiales en las uniones soldadas por el proceso SMAW en tuberías de acero ASTM A-53 utilizadas para el transporte de agua salina en el proyecto de humectación stock de crudos lado Nor-oeste en Shougang Hierro Perú.

1.2.2 Problemas específicos

- Cuáles son los tipos y la frecuencia de discontinuidades superficiales que se presentaran en las uniones soldadas por el proceso SMAW en las tuberías de acero ASTM A-53.
- Sera efectivo el ensayo de líquidos penetrantes para detectar las discontinuidades en las uniones soldadas de las tuberías de acero ASTM A-53
- afectaran las condiciones de operación (exposición a ambientes corrosivos y presiones elevadas) en la aparición de defectos en las uniones soldadas por el proceso SMAW en tuberías de acero ASTM A-53 utilizadas para el transporte de agua salina en el proyecto de humectación stock de crudos lado Nor-oeste en Shougang Hierro Perú.
- Qué medidas correctivas y preventivas se podran implementar en base a los resultados obtenidos del ensayo de líquidos penetrantes para mejorar la calidad de las soldaduras en el proyecto.

1.3 Justificación e Importancia

1.3.1 Justificación Tecnológica

El uso de técnicas avanzadas de control de calidad, como los ensayos no destructivos por líquidos penetrantes, es esencial para garantizar la calidad y eficiencia de las uniones soldadas en proyectos críticos, como el transporte de agua salina. La aplicación de esta técnica permite detectar de manera efectiva discontinuidades superficiales que podrían comprometer la seguridad y eficiencia del sistema. Además, mejora los procesos de soldadura al proporcionar información clave para ajustar parámetros y técnicas, optimizando la calidad de las uniones. En el contexto del proyecto en Shougang Hierro Perú, la implementación de estas tecnologías contribuye a mantener altos estándares en la infraestructura y previene fallas que podrían generar pérdidas importantes.

1.3.2 Justificación Ambiental

El transporte de agua salina a través de tuberías en un entorno industrial conlleva riesgos ambientales asociados a posibles fugas de líquidos que puedan contaminar el suelo o el agua circundante. Detectar y corregir a tiempo las discontinuidades en las uniones soldadas es crucial para evitar derrames que podrían tener un impacto negativo en el ecosistema local. El control de calidad con ensayos por líquidos penetrantes permite identificar posibles defectos antes de que se produzcan fallos en el sistema, contribuyendo a la protección del medio ambiente y a la sostenibilidad del proyecto.

Ica, 12 de enero del 2019 el Organismo de Evaluación y Fiscalización Ambiental (OEFA) ordenó a la empresa Shougang Hierro Perú S.A.A, paralizar de forma inmediata el transporte y almacenamiento de mineral; así como el almacenamiento de concentrado que se viene realizando en las instalaciones de la nueva planta de beneficio de Shougang, de la unidad fiscalizable

Marcona, en el distrito de Marcona, provincia de Nazca, departamento de Ica, hasta que implemente medidas de manejo ambiental para controlar la dispersión de material particulado que puede provocar alteraciones al ambiente de la bahía San Nicolás.

Se detectó fugas de material particulado proveniente del stock de crudos y stock de concentrado de hierro de la planta Marcona que, por la falta de controles ambientales y acción del viento, se dispersaban en dirección a la bahía San Nicolás. En ese sentido, se ordenó a Shougang implementar de forma inmediata medidas de manejo ambiental para evitar que el material particulado se disperse hacia los alrededores de la bahía.

1.3.3 Justificación Económica

Las fallas en las uniones soldadas de las tuberías pueden generar costos elevados debido a reparaciones, paradas no planificadas, pérdida de producción o incluso sanciones ambientales. La inversión en un control de calidad riguroso mediante líquidos penetrantes minimiza estos riesgos, al garantizar que las uniones soldadas sean confiables desde el principio. Al prevenir fallos y reducir la necesidad de intervenciones correctivas, se optimizan los costos operativos y se maximiza la rentabilidad del proyecto. Además, la mejora de la calidad de las soldaduras puede extender la vida útil de la infraestructura, generando ahorros a largo plazo.

1.3.4 Justificación Social

El proyecto de humectación stock de crudos en Shougang Hierro Perú tiene implicaciones directas en la comunidad, ya que un adecuado funcionamiento del sistema de transporte de agua salina garantiza la seguridad de los trabajadores y reduce el riesgo de accidentes. La implementación de un control de calidad efectivo en las soldaduras contribuye a la prevención de

incidentes que puedan poner en peligro la salud y seguridad de las personas. Además, el compromiso con la calidad y la seguridad refuerza la imagen de la empresa y su responsabilidad social, promoviendo una cultura de trabajo seguro y responsable en la industria.

1.4 Importancia

La importancia de este trabajo radica en asegurar la integridad y confiabilidad de las uniones soldadas en tuberías de acero ASTM A-53 utilizadas para el transporte de agua salina en el proyecto de humectación stock de crudos en Shougang Hierro Perú. La aplicación de un control de calidad mediante ensayos no destructivos por líquidos penetrantes es fundamental para la detección temprana de discontinuidades superficiales que podrían comprometer la seguridad del sistema.

1.5 Objetivos General y Específicos

1.5.1 Objetivo General

Evaluar la influencia del control de calidad mediante ensayos no destructivos por líquidos penetrantes en la detección de discontinuidades superficiales en las uniones soldadas por el proceso SMAW en tuberías de acero ASTM A-53 utilizadas para el transporte de agua salina en el proyecto de humectación stock de crudos lado nor-oeste en Shougang Hierro Perú.

1.5.2 Objetivos específicos.

- Determinar los tipos y la frecuencia de discontinuidades superficiales presentes en las uniones soldadas por el proceso SMAW en tuberías de acero ASTM A-53.
- Evaluar la efectividad del ensayo de líquidos penetrantes en la detección de discontinuidades en las uniones soldadas de las tuberías de acero ASTM A-53.

- Analizar la influencia de las condiciones de operación, como la exposición a ambientes corrosivos y presiones elevadas, en la aparición de defectos en las uniones soldadas.
- Proponer medidas correctivas y preventivas basadas en los resultados del ensayo de líquidos penetrantes para mejorar la calidad de las soldaduras en el proyecto.

1.6 Hipótesis

1.6.1 Hipótesis General

El control de calidad mediante ensayos no destructivos por líquidos penetrantes mejora la detección de discontinuidades superficiales en las uniones soldadas por el proceso SMAW en tuberías de acero ASTM A-53, optimizando la integridad de las tuberías utilizadas para el transporte de agua salina en el proyecto de humectación stock de crudos en Shougang Hierro Perú.

1.6.2 Hipótesis específicas

- Las discontinuidades superficiales más comunes en las uniones soldadas por el proceso SMAW en tuberías de acero ASTM A-53 son porosidad, grietas y socavaciones, con una frecuencia que varía según la calidad de la soldadura aplicada.
- El ensayo de líquidos penetrantes es efectivo para detectar más del 90% de las discontinuidades superficiales en las uniones soldadas de las tuberías de acero ASTM A-53.
- Las condiciones de operación, como la exposición a ambientes corrosivos y presiones elevadas, aumentan la probabilidad de aparición de discontinuidades superficiales en las uniones soldadas.

- La implementación de medidas correctivas y preventivas basadas en los resultados del ensayo de líquidos penetrantes reduce significativamente la incidencia de defectos en las soldaduras, mejorando la calidad y la vida útil de las tuberías en el proyecto.

1.7 Variables Dependientes e Independientes

1.7.1 Variable Dependiente

Tipos de discontinuidades superficiales detectadas: Las discontinuidades presentes, como porosidad, grietas, socavaciones, etc.

Frecuencia de las discontinuidades: La cantidad de defectos encontrados en las soldaduras.

Efectividad del ensayo de líquidos penetrantes: Medida en términos del porcentaje de discontinuidades detectadas con respecto al total posible.

Calidad de las soldaduras: Evaluada con base en la cantidad de discontinuidades detectadas y su severidad.

1.7.2 Variables Independientes

- Tipo de ensayo no destructivo utilizado (líquidos penetrantes): Este es el método de control de calidad aplicado para la detección de discontinuidades.
- Condiciones de operación de las tuberías: Incluye la exposición a ambientes corrosivos y las presiones elevadas a las que están sometidas las tuberías.
- Proceso de soldadura (SMAW): El tipo de proceso de soldadura empleado puede influir en la aparición de discontinuidades.

- Calidad de la soldadura aplicada: Relacionada con la habilidad del soldador, los parámetros de soldadura, y las condiciones del material base.

1.7.3 Variables Operativas

- Humedad Ambiental
- Temperatura ambiental.

1.8 Tipo o Nivel de Investigación

1.8.1 Descriptivo.

Esta investigación se la realiza describiendo el problema en una circunstancia espacial determinada que se define como el paquete 06 donde se encuentra el stock de crudos lado Nor-Oeste, además esta investigación será la más adecuada para la problemática de la investigación, por su origen y su desarrollo por que se describe los pasos realizados en el control de calidad de uniones soldadas por ensayos no destructivos por líquidos penetrantes en las tuberías de acero ASTM A-53.

1.8.2 Correlacional.

En este tipo de investigación va a tener como finalidad determinar el grado de relación de variables identificadas como discontinuidades en la soldadura de los tubos de acero ASTM A53 en el proyecto de humectación stock de crudos en Shougang Hierro Perú, donde demostrara determinar la relación existente entre las variables identificadas para obtener conclusiones efectivas aplicando la estadística con datos reales que se realizó como inspección visual por medio del control de calidad por líquidos penetrantes.

1.9 Población y Muestra

1.9.1 Población

Está constituida por las uniones soldadas de las tuberías que comprende el proyecto de humectación stock de crudos lado nor-oeste en Shougang Hierro Perú, con el objeto de obtener ciertos datos sobre su calidad.

1.9.2 Muestra

Uniones soldadas realizadas con procesos SMAW en las tuberías ASTM A53 del proyecto de humectación stock de crudos lado nor-oeste en Shougang Hierro Perú

1.10 Técnicas e Instrumentos de Recolección de Datos

1.10.1 Técnicas

Se usará la técnica de la inspección visual, dado que las probetas serán objeto de ensayos no destructivos. Esta información será sistematizada, analizada, procesada e interpretada para la obtención pertinente de las conclusiones inherentes al tema.

1.11 Viabilidad

Es factible la realización del presente trabajo de investigación. Se dispone de los materiales e instrumentos necesarios.

CAPITULO II

MARCO TEORICO

2.1 Antecedentes Internacionales y Nacionales

2.1.1 *Antecedentes internacionales*

a) Sánchez (2012), trabajo de investigación realizado en la Universidad Libre de Colombia, plantea como objetivo establecer la aplicabilidad del ensayo No Destructivo de Ultrasonido por inmersión a líneas de tuberías submarinas. Para dicho trabajo se usó probetas de acero naval soldados por el proceso SMAW, los depósitos de soldadura fueron evaluados mediante el ensayo no destructivo de ensayos ultrasonido, llegándose a la conclusión que por este método se puede llegar a determinar las discontinuidades en los depósitos de soldadura realizados por el proceso SMAW.

b) Casasola (2008.) en su trabajo de investigación: Líquidos penetrantes, un método no destructivo realizado en el Instituto Politécnico Nacional Culhuacán - México. Tuvo como objetivo dar a conocer los ensayos no destructivos por medio del método de líquidos penetrantes, para lo cual usaron probetas de acero ASTM A53, los cuales se soldaron con el proceso GMAW. Los cordones de soldadura fueron inspeccionados por líquidos penetrantes, para determinar la sanidad de los cordones realizados. Después de realizado la inspección se llegó a las conclusiones, que el empleo de la prueba no destructiva por líquidos penetrantes ayuda a tener control de los equipos empleados en la industria por la no aparición de discontinuidades en el depósito.

2.1.2 Antecedentes Nacionales

a) Villalta (2014), trabajo realizado en la Universidad De San Agustín de Arequipa. Se plantea como el objetivo de garantizar el control de la calidad en la Construcción de Celdas de Flotación, por ensayos de líquidos penetrantes. Para lo cual se usó probetas de acero ASTM A36 soldados por el proceso SMAW, dichos depósitos de soldadura fueron ensayadas mediante el ensayo de líquidos penetrantes, los cuales determinaron la detección de discontinuidades. El trabajo concluyo con las conclusiones siguientes: El uso de inspección por líquidos penetrantes garantiza una detección de discontinuidades de los depósitos de soldadura.

b) Arma (2014), realizado en la Universidad Nacional De San Agustín de Arequipa, plantea como objetivo, obtener un Control de Calidad en la fabricación de los componentes metálicos con uniones soldadas con los estándares de calidad requeridos aceptados y aprobados por Normas internacionales. Llegando a las conclusiones siguientes: Los controles realizados mejoran el proceso de producción y controla cada proceso dando pase a la obtención de un producto de calidad, el uso de líquidos penetrantes es una evaluación confiable para inspeccionar uniones soldadas.

2.2 Empresa Shougang Hierro Perú S.A.A.

Shougang Hierro Perú S.A.A, es una empresa minera que explota, procesa y comercializa el mineral de hierro, se ubica aproximadamente a 530 Km. De la ciudad de Lima, en el distrito de San Juan de Marcona, provincia de Nazca en la región Ica, donde se obtienen concentrados de alta ley para la elaboración de sus productos. El complejo minero metalúrgico de Shougang Hierro Perú S.A.A. comprende 3 áreas: Mina, San Nicolás, San Juan. En la figura 1, se observa una vista panorámica de dicha planta.

Figura 1

Vista panorámica del stok de crudos lado Nor Oeste – paquete N° 06 en Shougang Hierro Perú S.A.A.



2.3 Tubería de Acero ASTM A53

Para el transporte de agua salina en el proyecto de humectación stock de crudos lado noroeste en Shougang Hierro Perú, se usó la tubería de acero ASTM A53 GRADO B.

La tubería de acero ASTM A53 (también conocida como tubería ASME SA53) es una aleación de acero al carbono, que se puede utilizar como tuberías de acero estructural o para tuberías de baja presión, también es aceptable para usos ordinarios en líneas de vapor, agua, gas y aire. Las especificaciones de aleación están establecidas por ASTM International en las especificaciones ASTM A53 / A53M.

La tubería A53 viene en tres tipos (F, E, S) y dos grados (A, B).

El tipo A53 F se fabrica con una soldadura a tope en horno o puede tener una soldadura continua (solo grado A)

El tipo A53 E tiene una soldadura por resistencia eléctrica (grados A y B)

El tipo A53 S, es un tubo sin costura y se encuentra en los grados A y B. Es adecuado para soldadura y para operaciones de conformado que involucran bobinado, doblado y rebordeado, sujeto a las siguientes calificaciones:

- El tipo F no está diseñado para bridas.
- Cuando se requieren los tipos S y E para enrollado cerrado o doblado en frío, el grado A es el grado preferido. Esta disposición no pretende prohibir el doblado en frío de tuberías de grado B.
- El tipo E se suministra sin expandir o expandido en frío, a opción del fabricante.

2.3.1 Aplicaciones de ASTM A53

- Construcción: la tubería subyacente, el agua subterránea y el transporte de agua caliente.
- Procesamiento mecánico, manguitos de cojinetes, procesamiento de piezas de maquinaria, etc.
- Eléctrico: suministro de gas, conducción de fluidos para energía hidroeléctrica.
- Tubos antiestáticos para parques eólicos, etc.

2.3.2 Composición Química

En la tabla 1, se detallan la composición química de los diferentes tipos de tubería.

Tabla 1*Propiedades químicas (%)*

	Calificación	C, (máx)	Mn (máx)	P (máx)	S (máx)	Cu (máx)	Ni, (máx)	Cr, (máx)	V, (máx)
Tipo s (sin costura)	A	0,25	0,95	0,05	0,05	0,4	0,4	0,4	0,08
	B	0,3	1,2	0,05	0,05	0,4	0,4	0,4	0,08
Tipo e (soldadura por resistencia eléctrica)	A	0,25	0,95	0,05	0,05	0,4	0,4	0,4	0,08
	B	0,3	1,2	0,05	0,05	0,4	0,4	0,4	0,08
Tipo f (soldado en horno)	A	0,3	1,2	0,05	0,05	0,4	0,4	0,4	0,08

Nota: La composición total de estos cinco elementos no debe exceder el 1,00%.

2.3.3 Propiedades mecánicas del acero ASTM A53

Tabla 2*Propiedades mecánicas del acero ASTM A53*

	Grado A	Grado B
Resistencia a la tracción, mín., psi, (mpa)	48.000 (330)	60.000 (415)
Resistencia a la fluencia, mín., psi, (mpa)	30.000 (205)	35.000 (240)

Nota: Esta es información resumida de la especificación ASME A53.

2.4 Códigos Aplicables para ensayo por líquidos penetrantes

- ASTM E433

Son las siglas, en inglés, de American Society for Testing and Materials, lo que viene a decir, Sociedad Estadounidense para Pruebas y Materiales. Una organización de normas internacionales que desarrolla y publica acuerdos voluntarios por consenso, aplicables a materiales, productos, sistemas y servicios

La Norma (ASTM E433-71, 2008), recomienda estándares referenciados para ensayos por tintas penetrantes para establecer como un medio para los tipos y características de las discontinuidades detectables por el método, pudiendo utilizarse como medio de aceptación o rechazo.

- AWS D1.1

Esta norma suministra los requerimientos mínimos para la mantención de la integridad de los estanques en altura ya sea del tipo soldados, remachados, no refrigerados, a presión atmosférica, etc. Que han sido puestos en servicio. Cubre la inspección de la mantención, reparación, modificación, re-ubicación y reconstrucción de dichos tanques.

- ASME B31.1.3

ASME son las siglas de American Society of Mechanical Engineers (Sociedad Americana de Ingenieros Mecánicos), organización no lucrativa que tiene como objetivo generar la colaboración técnica y el enriquecimiento del conocimiento en el desarrollo de todas las disciplinas relacionadas con la ingeniería, regula todos los aspectos relacionados con tuberías a presión: desde su correcta instalación y diseño hasta los métodos de inspección y mantenimiento adecuados.

- ASME Sección V, Art 9

Este artículo contiene métodos y requisitos para examen visual aplicable cuando se especifica mediante una referencia Sección de código. Procedimientos específicos de examen visual requerido para cada tipo de examen no son incluido en este artículo, porque hay muchas aplicaciones donde se requieren exámenes visuales Algunos ejemplos de estas aplicaciones incluyen no destructivos exámenes, pruebas de fugas, exámenes en servicio y procedimientos de fabricación.

El procedimiento deberá contener o hacer referencia a un informe de lo que se usó para demostrar que el procedimiento de examen fue adecuado. En general, una línea fina de 1/32 pulg. (0,8 mm) o menos de ancho, una imperfección o una condición simulada, ubicada en la superficie o una superficie similar a la que se examinará, puede ser considerado como un método para la

demostración de procedimientos. La condición o imperfección artificial debe estar en la ubicación menos discernible en la superficie del área a ser examinada para validar el procedimiento.

2.5 Ensayos no Destructivos

Para analizar distintos materiales y realizar controles de calidad en la industria se suelen utilizar los ensayos no destructivos (END). Se trata de métodos físicos que permiten la exploración interna de la pieza sin modificar sus propiedades, de forma que tras el análisis quede apta para su uso. Este tipo de ensayos detecta discontinuidades superficiales e internas y sirven para la detección de heterogeneidades tales como grietas, inclusiones e incluso poros. Podemos definir una discontinuidad como una interrupción en la estructura normal de un material.

Podemos decir que el objetivo de los ensayos no destructivos es la evaluación del estado de los materiales sin que queden afectadas las propiedades físicas, químicas, mecánicas o dimensionales de las mismas y que se realizan sin producir daños que afecten a su funcionalidad. Para obtener resultados adecuados es necesario disponer de patrones de calibración y estándares de referencia con la que comparar los resultados.

Los ensayos no destructivos, son un campo de la ingeniería que se desarrolla rápidamente. Las técnicas como la digitalización de imágenes, la radiografía por neutrones, el electromagnetismo o la emisión acústica, que eran relativamente desconocidas hasta hace pocos años, se han convertido en herramientas de uso cotidiano en las industrias que desean mantenerse en la vanguardia del mercado con sus productos.

La inspección es muy importante, y la concienciación sobre este asunto va en aumento. La inspección durante el proceso de manufactura se realiza para evaluar su calidad y ver si se están elaborando según las normas y/o especificaciones que acrediten la calidad exigida. Las

heterogeneidades o defectos afectan directamente la vida útil del producto, es decir, ocasiona o favorece el fallo del mismo, lo que implica pérdidas económicas en la industria.

Hay diversos tipos de ensayos que se adecuan a las necesidades y finalidades de cada pieza o material: ondas electromagnéticas, acústicas, elásticas, emisión de partículas sub-atómicas, capilaridad, rayos X, etc.

La selección del tipo de técnica a utilizar depende directamente del tipo de aplicación, pero sobre todo del tipo de defecto que esperamos encontrar.

2.5.1 Objetivos de los END

A modo de resumen podemos resumir los objetivos de los END:

- Detección: detectar discontinuidades en materiales y estructuras sin destrucción de los mismos.
- Evaluación: Determinar la ubicación, orientación, forma, tamaño y tipo de discontinuidades.
- Calificación: Establecer la calidad del material, basándose en el estudio de los resultados y en la severidad de las discontinuidades y/o defectos de acuerdo a las normas de calidad y los objetivos del diseño.
- De acuerdo con su aplicación, los ensayos no destructivos se dividen en:
 - Técnicas de Inspección Superficial
 - Técnicas de Inspección Volumétrica
 - Técnicas de Inspección de la integridad o hermeticidad.

2.5.2 Técnicas de Inspección Superficial

Mediante estas sólo se comprueba la integridad superficial de un material. Este tipo de inspección se realiza por medio de cualquiera de los siguientes ensayos no destructivos:

- Inspección visual.
- Líquidos penetrantes.
- Partículas magnéticas.
- Electromagnetismo.
- Termografía.

2.5.3 Técnicas de Inspección Volumétrica

Su aplicación permite conocer la integridad de un material en su espesor y detectar discontinuidades internas que son visibles en la superficie de la pieza. Este tipo de inspección se realiza por medio de cualquiera de los siguientes ensayos:

- Radiografía industrial.
- Ultrasonido industrial.
- Radiografía neutrónica.
- Emisión acústica.
- Resonancia acústica.

2.5.4 Técnicas de Inspección de la Integridad o de la Hermeticidad

Son aquellas en las que se comprueba la capacidad de un componente o de un recipiente para contener un fluido (líquido o gaseoso) a una presión superior, igual o inferior a la atmosférica, sin que existan pérdidas apreciables de presión o de volumen del fluido de prueba en un período previamente establecido. Este tipo de inspección se realiza empleando cualquiera de los siguientes ensayos:

- Pruebas por cambio de presión: hidrostática y neumática.

- Pruebas por pérdida de fluido: cámara de burbujas, detector de halógenos, espectrómetro de masas, cámara de vacío, etc.

2.5.5 Clasificación END según el método físico:

Tabla 3

Clasificación END según el método físico

Principio físico	Técnica no destructiva
Térmicos	Termografía
Radiación	Radiografía
Electromagnetismo	Partículas magnéticas Corrientes industriales
Ópticas y colores	Inspección Visual Líquidos penetrantes
Acústicas	Ultrasonidos Emisiones acústicas Resonancia acústica

2.5.6 Clasificación END según la posición del defecto:

Tabla 4

Clasificación END según la posición del defecto

Posición de defecto	Técnica no destructiva
En la superficie o cerca de ella	Inspección visual Líquidos penetrantes Partículas magnéticas Corrientes inducidas Electromagnetismo Termografía
En el interior de los objetos	Radiografía Ultrasonidos Radiografía neutrónica Emisión Acústica

2.5.7 Ventajas de los ensayos no destructivos:

- Se pueden realizar en cualquier paso de un proceso productivo, al llegar las materias primas, en los diferentes procesos de fabricación, en la inspección final o en la liberación de los productos terminados.
- En la inspección y comprobación de partes y componentes que se encuentran en servicio.
- Limitaciones de los ensayos no destructivos:
- La inversión inicial es alta.
- La propiedad física a controlar es medida de forma indirecta.
- Cuando no existen patrones de referencia una misma indicación puede ser interpretada de forma diferente por dos o más inspectores.
- Personal capacitado y calificado.

2.5.8 Calidad en los END

Para efectuar una aplicación correcta de los ensayos no destructivos, debe seleccionarse previamente con un esquema a seguir para capacitar, calificar y certificar al personal que realiza este tipo de inspecciones.

Para asegurar la correcta realización de este tipo de pruebas han de utilizarse patrones de calibración y estándares de referencia con los que comparar los resultados que se obtienen. Las principales normas o códigos de fabricación quedan recogidas en ASME, ASTM, AWS y API entre otros.

Los inspectores encargados de llevar a cabo los distintos ensayos deben estar debidamente cualificados por la ASNT según niveles I, II y III acorde a los requisitos que se recogen las normas

SNT-TC-1A, CP-189. De esta forma quedan altamente capacitados para el manejo de equipos y la realización de técnicas, además adquieren un alto conocimiento de los materiales que manejan.

Rendimiento de una inspección:

El beneficio de una inspección está influenciado por su rentabilidad, que depende esencialmente de cuatro factores: sensibilidad, velocidad, cobertura y fiabilidad.

1. **Sensibilidad:** Se define como el tamaño mínimo del defecto que puede ser detectado de forma correcta. Su cálculo depende del tipo de material que se está examinando y del objetivo de la inspección, aunque también hay que tener en cuenta la precisión con la que se caracterizan los defectos.
2. **Velocidad:** Hay que considerar el tiempo empleado en realizar una inspección y el tiempo que se invierte en la interpretación de los datos. Queda principalmente determinado por la técnica no destructiva utilizada.
3. **Cobertura:** se define como el porcentaje inspeccionado del material objeto de estudio al concluir el ensayo. Depende de la geometría de la pieza, de su ubicación y de la técnica utilizada.
4. **Fiabilidad:** La fiabilidad de la inspección se define generalmente a través de la probabilidad de detección y la probabilidad de falsa indicación.

Una de las formas de mejorar el rendimiento de la inspección es reducir la velocidad de ensayo que se puede conseguir reduciendo la cobertura de inspección que, a su vez, reduce el costo final de la inspección. También se pueden utilizar varios palpadores de forma simultánea, aunque

su manejo y la interpretación de los datos es más complicado además de aumentar considerablemente el coste final del equipo de exploración.

A la hora de realizar técnicas no destructivas se han de tener en cuenta diversos factores como son:

1. El método de inspección utilizado: hay que elegir el procedimiento de inspección más adecuado para la aplicación que se está considerando.
2. La calificación del inspector: El encargado de la inspección debe tener experiencia en el tipo de ensayos que realice, interprete y evalúe los resultados de la inspección. Para ello debe estar debidamente acreditada para certificar su conocimiento sobre equipos, técnicas, materiales y procedimientos.
 - a. Nivel I: Un inspector de este nivel debe estar preparado para realizar, de acuerdo a instrucciones escritas, calibración de equipos, realización de ensayos y evaluación de resultados que determinen la aceptación o rechazo del material objeto de estudio. Para recibir la acreditación debe estar formado por un inspector de nivel III y adquirir experiencia como aprendiz.
 - b. Nivel II: Un inspector de este nivel debe estar preparado para ajustar y calibrar el equipo, para interpretar y evaluar los resultados atendiendo a códigos, normas y especificaciones, debe estar en disposición de preparar instrucciones escritas, organizar y realizar informes acerca de los resultados obtenidos. Para recibir la certificación el inspector ha de trabajar durante un tiempo como inspector de nivel I.
 - c. Nivel III: Es el máximo nivel y certifica que el inspector es capaz de constituir técnicas y procedimientos, interpretar códigos, normas y especificaciones y seleccionar el método de

ensayo para una aplicación concreta, ha de tener gran experiencia práctica en tecnología de materiales y procesos de fabricación y conocer las técnicas no destructivas más comunes. Es responsable de la formación y entrenamiento de los inspectores de nivel I y II.

Para conseguir la acreditación nivel III es necesario haber trabajado antes como aprendiz de nivel I y al menos uno o dos años como nivel II.

2.5.9 Ensayo por Tintes Penetrantes

Rodríguez Rendón (2017); afirma: “El ensayo por líquidos penetrantes es un método de ensayo no destructivo aplicable a la detección, localización y evaluación de discontinuidades que afloran en la superficie, en cualquier tipo de material, siempre que no sea muy poroso”.

La aplicación de ensayo de tintes penetrantes para la inspección de juntas soldadas nos permite detectar discontinuidades superficiales que puedan presentarse en el cordón de soldadura producto de distintos parámetros no controlados durante el proceso de fabricación.

Este tipo de ensayo es económico y menos complejo en comparación de otros tipos de ensayo para la detección de discontinuidades superficiales.

Figura 2

Inspección mediante tinte penetrantes a tuberías



Este método utiliza un líquido que contiene colorante que penetra en las discontinuidades de la superficie a través de la acción capilar. El penetrante que es atrapado logra aumentar la observancia de la discontinuidad, ya que éste proporciona un mejor contraste a la vista de esta circunstancia.

2.5.9.1 Ventajas de los tintes penetrantes.

La inspección por líquidos penetrantes es capaz de examinar todas las superficies exteriores de los objetos. Las distintas formas pueden ser sumergidas o a la vez rociadas con este tipo de material para que se pueda observar una cobertura total de la superficie. Existen otros tipos de metodología que no destruyan y estos cubren esta área, pero por ser realmente debe repetirse la misma acción.

- Este tipo de metodología permite poder inspeccionar a través de líquidos penetración para que podamos detectar diversas imperfecciones muy pequeñas, este método es considerado el mejor no destructivo y que ayuda a mejorar la calidad de la estructura.

- Este tipo de inspección por líquidos penetrantes puede ser empleado en una gran gama de materiales metálicos y hasta Incluso en Materiales orgánicos.
- Este tipo de inspección puede ser realizado con un equipo económico siempre y cuando el área a inspeccionar no requiera de una rigurosidad en la calidad del estudio,
- Por medio de esta prueba el líquido penetrante logra aumentar la visibilidad de las discontinuidades, logrando de esta forma poder determinar el lugar Exacto para poder realizar la actividad correctiva.
- Este tipo de proceso se adapta fácilmente y se logra tener una inspección muy precisa, incluso ya existen sistemas que son especiales los cuales están automatizados a un nivel de exactitud y precisión.
- La sensibilidad o exactitud de este proceso está condicionado por una adecuada selección de materiales y técnicas, logrando de esta forma que los indicadores obtenidos en el tiempo no sea una preocupación ya que pueden llegar a variar.

2.5.9.2 Desventajas de los tintes penetrantes.

- La forma correcta de inspeccionar por líquidos penetrantes va a estar condicionado por cómo estás llegan a las discontinuidades, es por ello que los penetrantes permiten revelar toda grieta que está abierto en la superficie.
- Toda la superficie empleada para realizar la inspección debe estar libres de cualquier residuo contaminante ya sea de origen orgánico e inorgánico estos pueden impedir la acción de los tintes penetrantes.

- La composición de estos penetrantes es Generalmente solventes, colorantes y materiales aceitosos que al concentrarse permiten poder determinar las diferentes imperfecciones que pudieran estar en el producto a evaluar.
- Se debe tener presente que los penetrantes al ser aceitosos deben ser empleados con suma cautela en piezas de ensamblaje Ya que en estas no se puede eliminar por completo estos componentes.
- Estos aceites presentes en los líquidos penetrantes si no son retirados correctamente pueden llegar a generar explosiones e incluso incendios, es por ello de qué no es recomendable aplicarlas en este tipo de equipo ya que su eliminación no es completa.
- En varios de estos materiales se puede encontrar azufre y otros halógenos, estos compuestos pueden llegar a ocasionar rupturas dentro del acero inoxidable e incluso fragilidad de toda una pieza completa, es por ello que se debe tener presente que estas piezas no sean expuestas a altas temperaturas sin previamente haber eliminado todo el tinte penetrante.
- Estos tintes también pueden llegar a generar corrosión en distintas aleaciones tales como la de Titanio, es por ello que se hace necesario la erradicación total de los residuos del tinte penetrante.

2.5.9.3 Clasificación y método de tintes penetrantes.

Los métodos y tipos de examen de líquidos penetrantes se clasifican de acuerdo con MIL-I-25135 y AMS 2644 como se enumeran en la Tabla 1 del código ASTM E165/E165M-12 (anexo 2)

Tabla 5*Clasificación de los tipos de examen de tintes penetrantes y métodos*

Tipo I - Examen de penetrante fluorescente	
Método A	Lavable con Agua
Método B	Post-emulsionable lipofílico
Método C	Removible con solvente
Método D	Post-emulsionable hidrofílico
Tipo II - Examen de penetrante visible	
Método A	Lavable con Agua
Método C	Removible con solvente

Las categorías se definen según la norma SAE AMS 2644, de la siguiente manera y se definen adicionalmente de acuerdo a la tabla 6:

- Tipo: especifica el tipo de tinte de contraste utilizado en el material.
- Método: especifica el método utilizado para eliminar el material penetrante.
- Nivel: especifica el nivel de sensibilidad de un sistema penetrante particular.
- Revelador: especifica el revelador (tipo) de desarrollador que se está utilizando.
- Clase: especifica la clase de removedor de solvente que se utilizará.

Tabla 6*Clasificación de materiales penetrantes según SAE AMS 2644*

Tipo	
Tipo I	Tinte fluorescente
Tipo II	Tinte Visible
Método	
Método A	Removible con agua
Método B	Post emulsionable, Lipofilico
Método C	Removible con solvente
Método D	Post emulsionable, Hidrofilico
Nivel de sensibilidad	
Nivel 1/2	Ultra bajo
Nivel 1	Bajo
Nivel 2	Medio
Nivel 3	Alto
Nivel 4	Ultra-alto
Revelador	
Forma a	Polvo seco
Forma b	Soluble en agua
Forma c	Suspendible en agua
Forma d	No acuoso (a base de solvente; para tipo I)
Forma e	No acuosa (a base de solvente; para tipo II)
Forma f	Solicitud especial
Removedor de solventes	
Clase 1	Halógeno
Clase 2	No halógeno
Clase 3	Aplicación especial

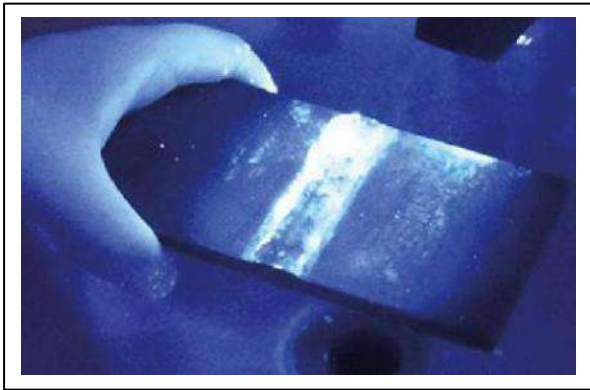
a. Prueba de penetrante fluorescente (Tipo 1).

La norma ASTM E165/E165M (2012); afirma que: “La prueba de penetración fluorescente utiliza penetrantes que fluorescen brillantemente cuando son excitados por la luz negra (UVA). La sensibilidad de los penetrantes fluorescentes depende de su capacidad de ser retenidos en las

diferentes discontinuidades de tamaño durante el procesamiento, y luego desangrarse en el recubrimiento revelador y producir indicaciones de fluorescencia. Las indicaciones fluorescentes son muchas veces más brillantes que sus alrededores cuando se ven bajo una iluminación adecuada de luz negra”.

Figura 3

Inspección mediante tinte penetrantes fluorescentes



b. Prueba de penetrante visible (Tipo 2).

La norma ASTM E165/E165M (2012); afirma que: “La prueba de penetrante visible utiliza un penetrante que se puede ver con luz visible. El penetrante suele ser rojo, de modo que las indicaciones resultantes producen un contraste definido con el fondo blanco del desarrollador. Las indicaciones penetrantes visibles deben verse bajo una luz blanca adecuada”.

Figura 4

Inspección mediante tinte penetrantes visibles.

**2.5.9.4 Principios de la inspección por tintes penetrantes.****2.5.9.4.1 Característica del tinte penetrante.**

Se debe de considerar una serie de características deseadas en un material para que funcione como un penetrante. Los cuatro requisitos principales criterios que se deben de considerar son los siguientes:

- Debe ser capaz de entrar y llenar las aberturas de la superficie, aunque sean muy pequeñas.
- El penetrante en una discontinuidad debe resistir el lavado durante la eliminación del exceso de material penetrante en la superficie de la pieza.
- Debe salir de la discontinuidad después de que se haya eliminado la superficie penetrante.
- Debe presentar una indicación fácilmente visible o notable de la discontinuidad en la superficie de la pieza.

2.5.9.4.2 Mecanismo de acción de los tintes penetrantes.

Para una mejor comprensión del mecanismo de funcionamiento de los penetrantes, primero se deben comprender los principios y propiedades asociados con él.

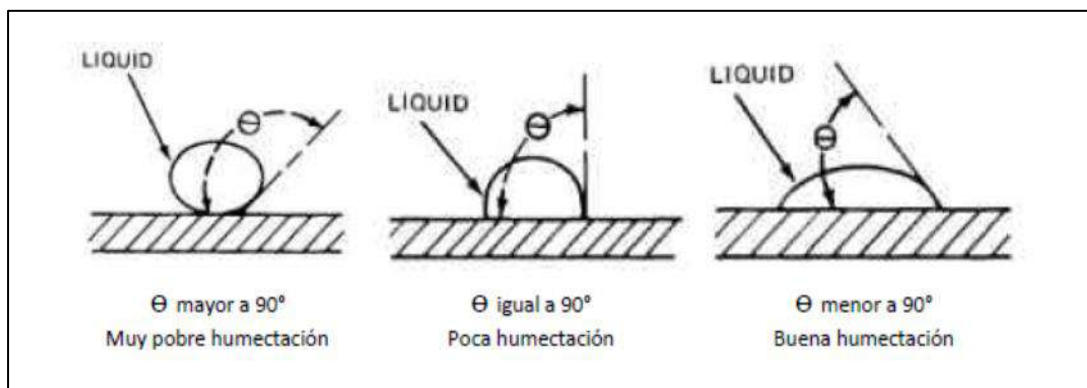
a) Principios físicos.

La inspección es un proceso el cual requiere un líquido que pueda recorrer la superficie a observar, este líquido debe poder penetrar en cualquier abertura que se le presente, esta depende de 1) la tensión superficial, 2) la capacidad de humectación y 3) la acción capilar.

- Tensión superficial. Esto puede ser definida como la fuerza que se emplea para expandir en toda una superficie algún líquido. Estas fuerzas cohesivas son una de las características fundamentales de las moléculas ubicadas en la superficie es por ello que estas moléculas al estar Unidas en la parte superficial reciben el nombre de "tensión superficial", las fuerzas que unen las moléculas de la superficie pueden ser fuertes estas fuerzas hacen que una gota se distribuye en toda una superficie. Esto tiene un efecto directo sobre la capacidad de un penetrante para humedecer una superficie.
- Capacidad humectante. Es la circunstancia cuando el líquido se ubica en la superficie sólida y está es correctamente distribuida por la fuerza adhesiva de las moléculas. Todas estas fuerzas son determinadas por los ángulos de contacto que el líquido llega a formar con la superficie. Si el ángulo llega a tener un contacto de cero el líquido se mojará y se llegara a extender, pero si es que tiene un contacto de 90° el líquido no se extenderá en la superficie, y Por ende está se mantendrá en forma de una gota redondeada. Los ángulos de contacto intermedios indican grados intermedios de humectación.

Figura 5

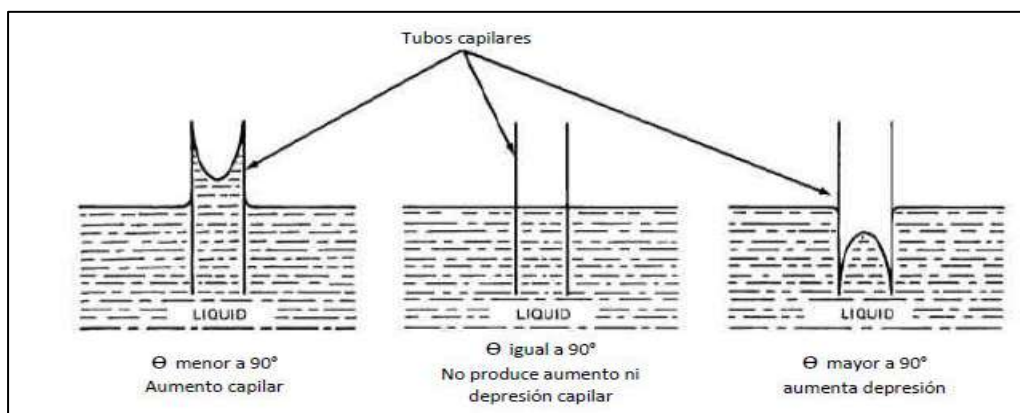
Ángulos de contacto entre la superficie líquida y superficie sólida



- Acción capilar. Ésta se llega a definir como el comportamiento de un líquido penetrante que emigra hacia diferentes aberturas, fosas o grietas de dimensiones menores, esta acción capilar está asociada a la humectación. Un claro ejemplo puede ser cuando se llegue insertar un tubo de diámetro pequeño dentro de un líquido y este líquido puede elevarse por encima y hasta incluso puede llegar a ser de un nivel mucho menor al exterior. El aumento en la capilaridad se da cuando el interior del tubo se humedece con el líquido y esta tensión hace que existe una mayor cobertura de área mojada.

Figura 6

Aumento y depresión del líquido en un tubo capilar dependen del ángulo de contacto.



b) Propiedades físicas.

- Viscosidad. Está relacionado con el cambio de forma por la fuerza física que se ejerce por la fricción interna. La temperatura es un factor que hace que la viscosidad disminuya conforme se incrementa la temperatura y viceversa a temperaturas más bajas.
- Gravedad específica. Esta variable no tiene una influencia específica sobre el rendimiento de los penetrantes, esto es debido a que los penetrantes tienen una composición orgánica y su gravedad específica es muy baja.

Punto de inflamabilidad.

Es cuando cualquier vapor llega a encenderse con temperaturas relativamente bajas, esta circunstancia no llega a afectar los rendimientos del penetrante, este tipo de circunstancias sirve para poder evitar que exista peligro de inflamación destruir.

- Volatilidad. Éste está asociado con la velocidad en la que los líquidos llegan al evaporarse, es de imperativa necesidad que los líquidos penetrantes tengan una volatilidad baja.
- Tinte fluorescente, estabilidad térmica. Los colorantes que son empleados en los tintes penetrantes Generalmente son sometidos a temperaturas elevadas y Por ende pierden su brillo color, esta circunstancia no sólo se da alta temperatura, sino que, a moderadas también, pero con una pérdida menor.
- Estabilidad térmica del penetrante lavable con agua. Es la capacidad física que tienen los penetrantes de resistencia en condiciones normales de temperatura. SAE AMS 2644 requiere que los penetrantes lavables con agua sometidos a la calificación sean sometidos a un ciclo

térmico entre 0 ° F y 150 ° F durante 8 horas sin separación o degradación importante en el rendimiento.

c) Propiedades químicas.

- **Inercia química.** El producto a emplear como penetrante debe ser químicamente inerte en relación al material a donde se va a aplicar y emplear para su inspección. Casi en su mayoría los materiales están hechos con base en un aceite, sin embargo, su nivel de contaminación es muy elevado, ocasionando que la mezcla llegue a tornarse alcalina.
- **Toxicidad.** Es un indicador mediante el cual se mide los efectos nocivos del penetrante en los seres humanos. Es esencial que los materiales penetrantes no sean tóxicos.
- **Habilidad solvente.** El tinte penetrante debe tener una buena propiedad de solvente y Generalmente está dado con una composición de aceite esta solución debe mantener la coloración el tiempo necesario para que se puede encontrar las diversas infecciones o problemas que pudieran suscitarse en la pieza a evaluar.
- **Removilidad.** Esta característica busca de demostrar la capacidad del líquido penetrante de eliminarse de la pieza en donde se aplicó eliminando todos los materiales residuales. Existe una baja eliminación va a depender de la capacidad tenso-activa de la capa de la penetrante rociada en la superficie, ocasionando que está no pueda ser eliminada en su totalidad por el efecto de remoción.
- **Mecanismo de fluorescencia.** El mecanismo de fluorescencia involucra dos factores: la estructura atómica del material fluorescente y el nivel de energía o la longitud de onda de la fuente de radiación. Un material emitirá fluorescencia solo si tiene una determinada estructura

atómica: 1) la energía que mantiene los electrones en órbita en las capas externas debe ser baja, y 2) debe haber un espacio de electrones vacante en la capa más externa.

- **Brillo.** Es uno de los factores que más importancia cobran para poder medir la efectividad del penetrante ya que este indicador es el que va a determinar la calidad de la pieza a evaluar. Este proceso se trabaja con radiación ultravioleta para poder medir la cantidad de luz que es visible en la pieza evaluada.
- **Sensibilidad penetrante.** En esta característica se juntan otros indicadores en el cual se puede visualizar que están compenetradas la penetración y el brillo, ya que a través de ello se puede visualizar la discontinuidad que pudiera existir en la pieza o falla que pudiera entender estas.

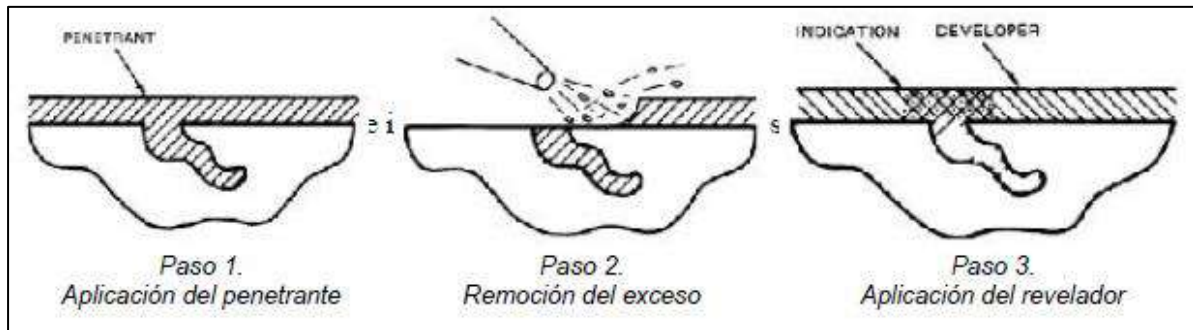
2.5.9.5 Método de aplicación de tintes penetrantes.

Los fundamentos básicos del proceso de aplicación de tintes penetrantes se muestran en la figura 7, se proporciona una ilustración de los principios básicos del proceso de inspección penetrante. De acuerdo al método que se aplica durante la inspección mediante tintes penetrantes, se debe tener en cuenta los distintos parámetros que se deben controlar para un mejor resultado del trabajo desarrollado.

- Este proceso se realiza con la finalidad de eliminar algún agente que pueda afectar el proceso. Los contaminantes, los suelos o la humedad, ya sea dentro del defecto o en la superficie de la pieza en la abertura del defecto, pueden reducir la efectividad de la inspección.

Figura 7

Proceso básico de inspección por tintes penetrantes.



- Ya habiendo realizado la limpieza y esta esté libre de humedad se rocía el líquido penetrante, para la zona en donde se va a realizar la inspección, el penetrante debe estar por un tiempo determinado para que pueda este actuar y mostrar las imperfecciones u otra observación que se pueda encontrar.
- Posterior al anterior proceso se elimina el penetrante aplicado en las zonas o discontinuidades de la pieza.
- Luego se aplica el revelador. El revelador ayuda a extraer cualquier penetrante atrapado de las discontinuidades y mejora la visibilidad de las indicaciones.
- Posterior a la aplicación del revelador, este cumple la función de revelar las zonas para el examen visual.
- Por último, se debe realizar la limpieza del penetrante aplicado en la pieza, este último detalle es muy importante ya que el penetrante puede tener efectos adversos al momento de emplear la pieza para el fin que fue creada. Las figuras 8, 9, 10, y 11 representan el esquema de desarrollo para realizar los diferentes métodos de ensayos por líquidos penetrantes.

Figura 8

Diagrama de flujo del proceso de penetrante lavable con agua (Método A)

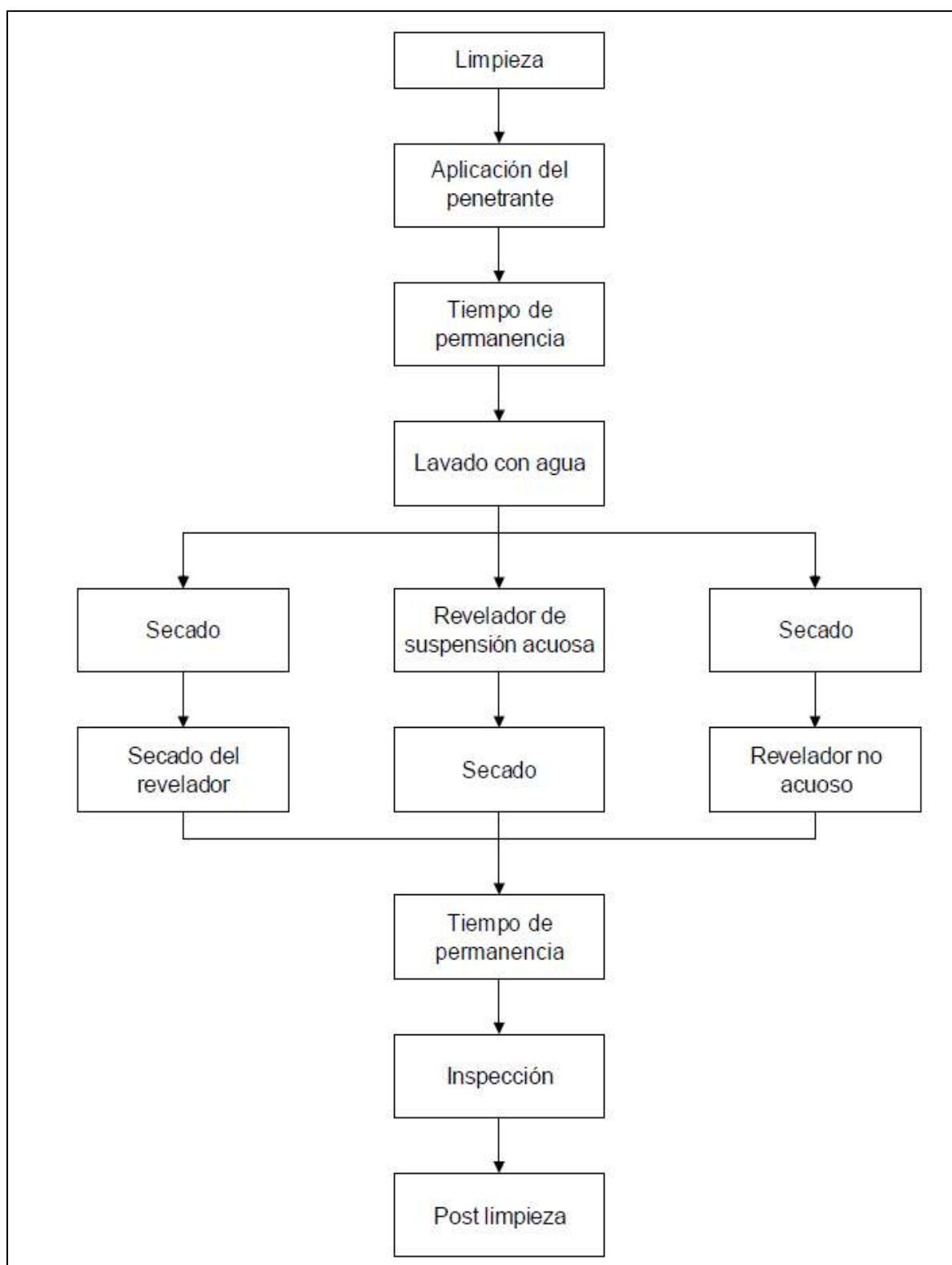


Figura 9

Diagrama de flujo del proceso de aplicación de tintes penetrantes (Método B)

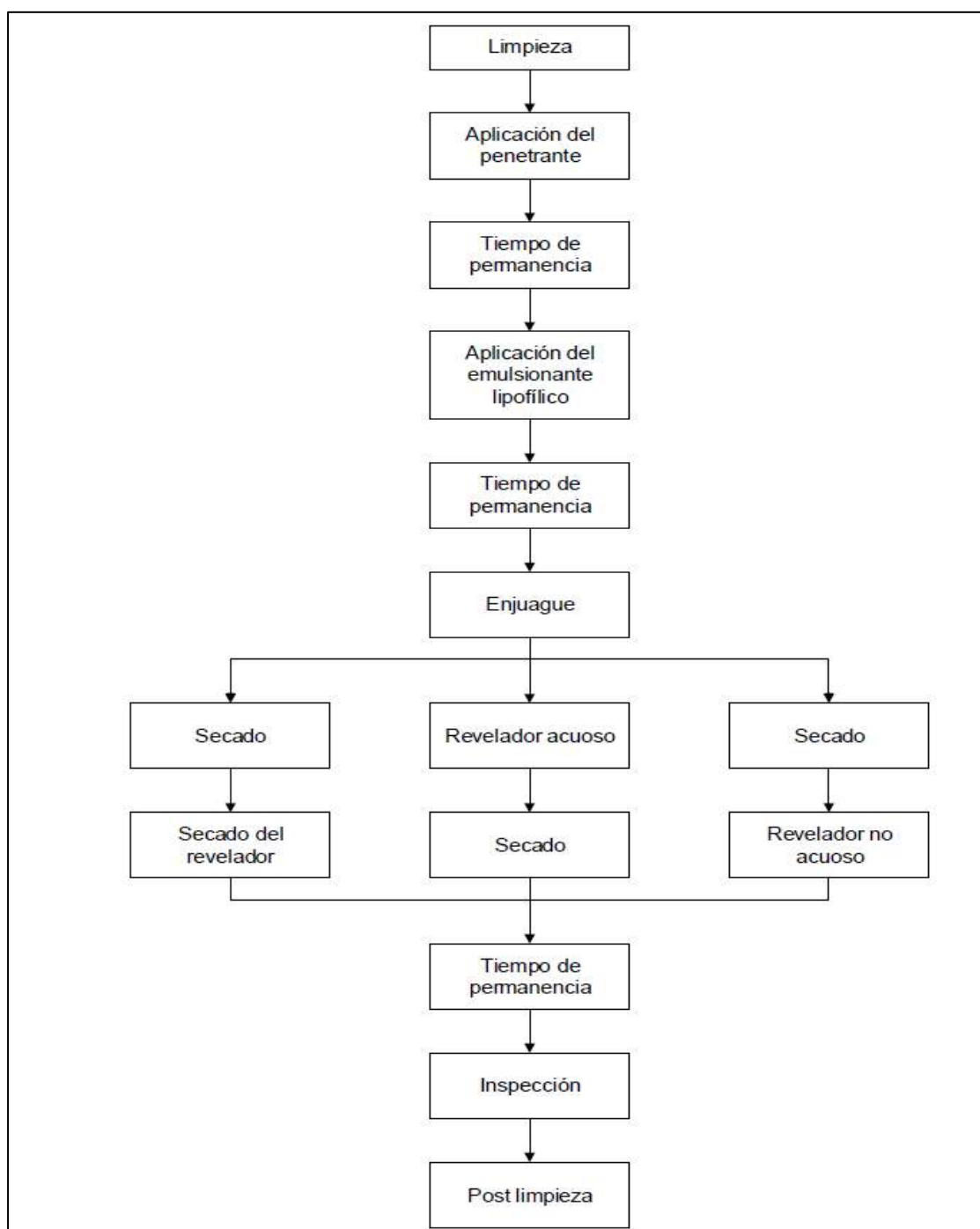


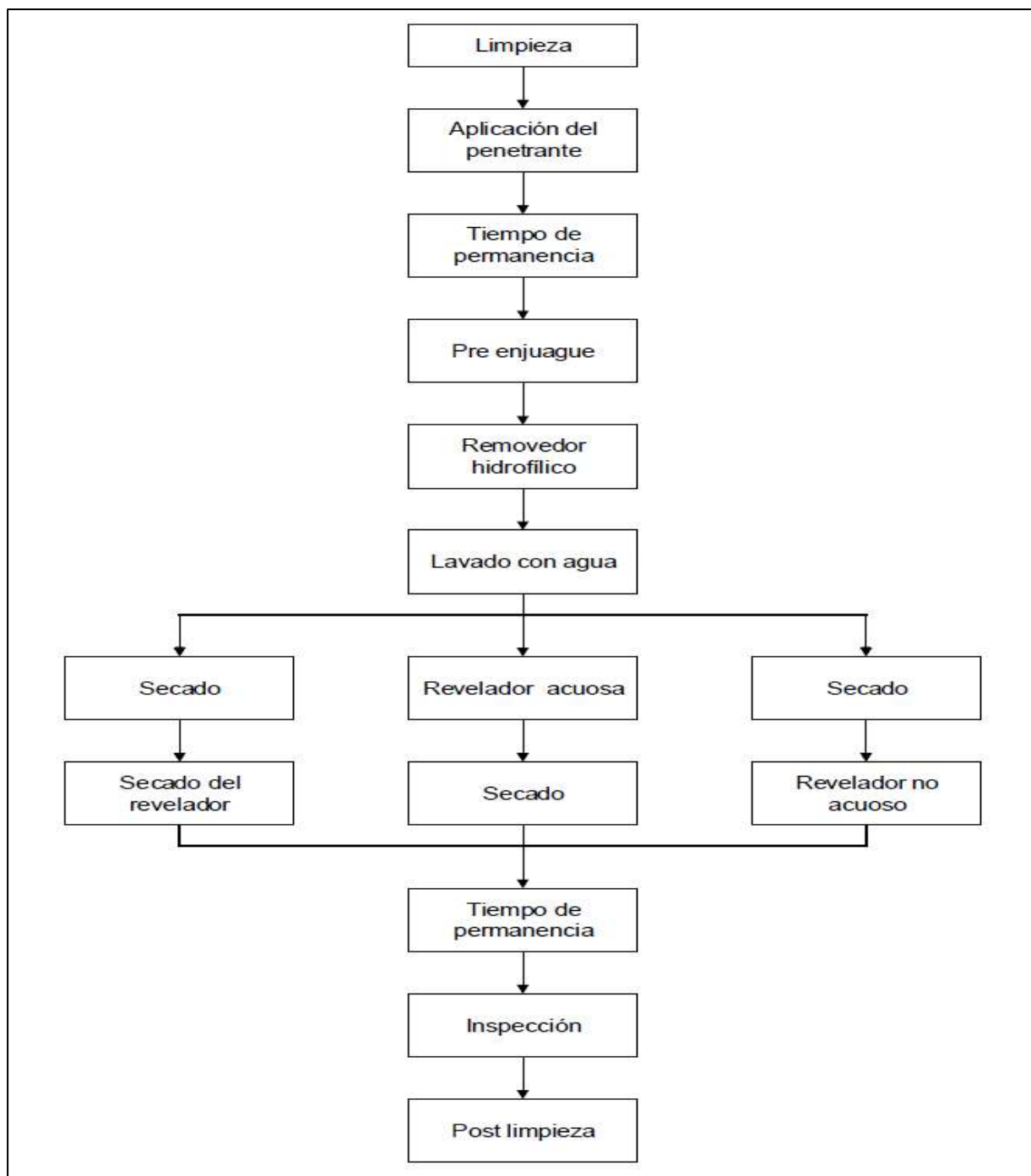
Figura 10

Diagrama de flujo del proceso de aplicación de tintes penetrantes removible con solvente (Método C)



Figura 11

Diagrama de flujo del proceso de aplicación de tintes penetrantes hemofílica post emulsionable (Método D)



2.5.9.6 Interpretación de la inspección de tintes penetrantes.

El que se llega a detectar de manera exitosa la diversas fallas que pudieran presentarse las piezas a través de los líquidos penetrantes depende de múltiples factores, uno de ellos es que se seleccionan los materiales correctos y los procesos adecuados específicamente para ello. Interpretación adecuada para este proceso, marcar el éxito de la calidad de la pieza final evaluada por los tintes penetrantes.

2.5.9.6.1 Evaluación de indicaciones.

Evaluación e interpretación de indicaciones relevantes y no relevantes.

Se debe tener presente las características de los hallazgos encontrados en las piezas evaluadas (discontinuidades).

Estas discontinuidades pueden llegar a ser de distinta índole y generalmente no es intencionado por la fabricación o por otra acción, es parte del proceso propio que puede resultar en un material o pieza defectuosa, estas pueden ser marcas de herramientas, rasguños o ranuras, grietas, costuras, vueltas y porosidad.

Se debe tener presente que dentro de las discontinuidades existen tipos que llega o no a afectar la capacidad o acción de una pieza, si esta llega a influir negativamente en el rendimiento del proceso este si ya es un defecto que debe ser corregido a eliminado.

Apariencia de las indicaciones.

El tamaño y la forma de la discontinuidad, el tipo de sistema penetrante, la técnica de procesamiento, el tipo de revelador y el tiempo de permanencia del revelador influyen en la aparición de indicaciones penetrantes.

Clasificación de las indicaciones de discontinuidad.

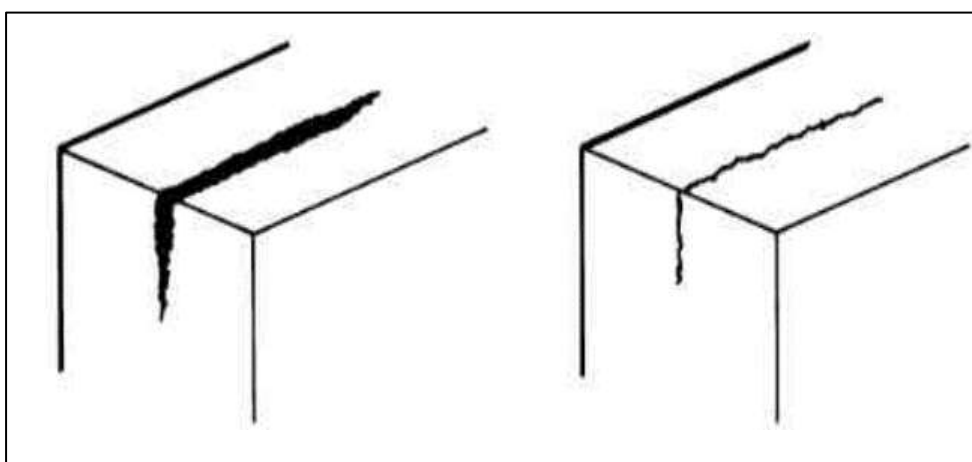
Estas pueden llegar a ser clasificadas de acuerdo a la discontinuidad y no puede ser clasificado el termino discontinuidad no puede ser igualado como un defecto. Existen múltiples formas que pueden emplearse para clasificar la discontinuidad, estas pueden ser la apariencia de la indicación, su causa, material y condiciones de servicio. El cómo se llegue a clasificar las discontinuidades, va a depender del método de prueba.

a) Indicaciones lineales continuas.

Toda discontinuidad de penetración lineal es generalmente causada por grietas, costuras o vueltas. La amplitud del ancho y el brillo va a depender del volumen del penetrante atrapado. Esta puede tener una forma recta o hasta incluso una curvatura y va a depender de cómo se forma la discontinuidad. Sumado a ello los detalles de los bordes pueden llegar a ser irregulares o lisos, generalmente las discontinuidades se ubican en la superficie de la pieza.

Figura 12

Gráfico de indicaciones lineales continuas.

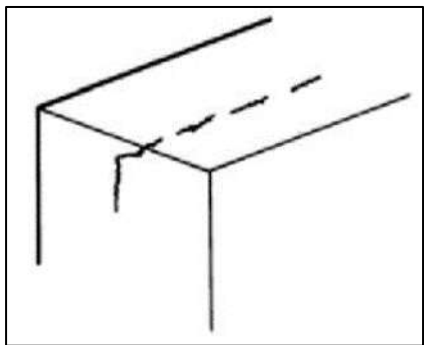


b) Indicaciones lineales intermitentes.

Estas tienen por causa las mismas discontinuidades, las cuales dan una forma lineal entrecortada pero contigua; sin embargo, pueden llegar a estar selladas, ya sea por naturaleza del proceso o por un sellado parcial de la abertura.

Figura 13

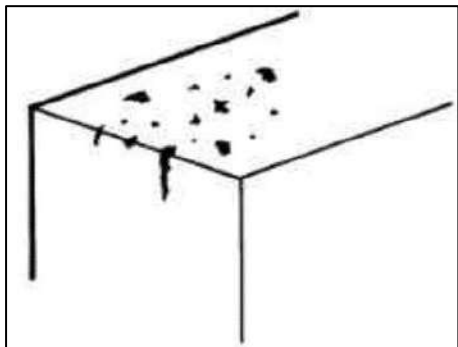
Gráfico de indicación lineal intermitente

**c) Indicaciones redondas o de puntos.**

Estas tienen la peculiaridad de tener dimensiones similares en longitud y anchura, estas áreas se forman por falta de una solidez, además estas pueden tener formas irregulares pero la dimensión sigue siendo similar.

Figura 14

Gráfico de indicaciones redondas.



d) Porosidad.

Esto se da cuando existen gases atrapados dentro del metal y se revientan al momento del enfriado, en ocasiones no revienta, sin embargo, muchas veces quedan débiles y se rompen cuando la pieza entra en acción.

e) Inclusiones.

Estas son partículas de diversos materiales extraños, que pueden ser escoria, óxidos, sulfuros o silicatos que han quedado atrapados durante el proceso de elaboración de la pieza de metal, estas son denominadas de esta forma cuando son encontradas en la superficie.

f) Costuras.

Las costuras se producen en material de barra laminada o en piezas mecanizadas a partir de material de barra. Son inclusiones, porosidad o, más comúnmente, pliegues metálicos que se han alargado por el proceso de laminado durante la fabricación. Son discontinuidades largas y rectas que corren paralelas a la dirección del trabajo mecánico.

g) Grietas térmicas.

Es cuando los metales son sometidos a altas temperaturas y se producen tensiones localizadas ya sea por efecto del calor o del frío, el mal balance de este proceso generaría grietas que se pueden llegar a dar en el proceso de calentamiento.

- Grietas de tratamiento térmico. Estas se desarrollan por efecto del calor o del frío desigual de una parte independiente de la pieza, estas son profundas de patrones difusos, estas son denominadas defectos.

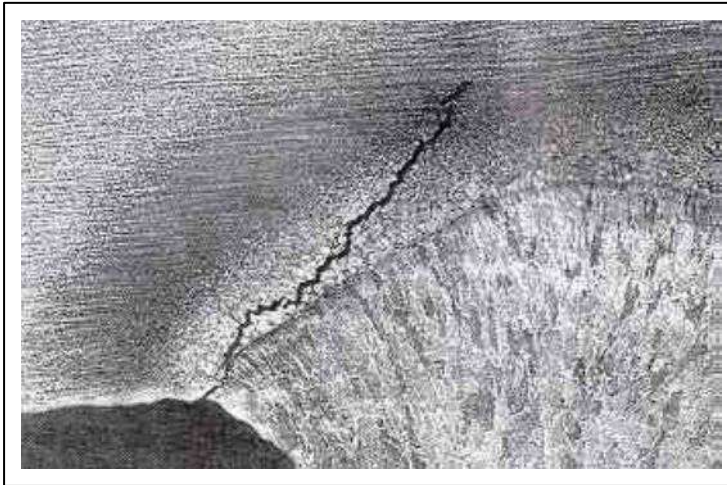
- Grietas de soldadura. Estas pueden llegar a darse por una mala fusión, mal calentamiento o enfriamiento, entre otras circunstancias propias del proceso de elaboración de una pieza.

h) Agrietamiento por fatiga.

Esto es debido a la gran cantidad de ciclos de carga, las cuales generan imperfecciones en la pieza final, esto se da en regiones de la pieza en donde se tiene un alto estrés, existen múltiples casos en donde se puede dar un agrietamiento por la fatiga o estrés.

Figura 15

Macrofotografía de grieta por fatiga.



i) Corrosión bajo tensión.

Aquí se desatan dos fuerzas las cuales generan acción de estrés en la pieza final ocasionando que esta se corroe agrietándose por la tensión que tuviera y la corrosión que se dé por baja tensión.

Figura 16

Fotografía de grieta de corrosión bajo tensión.

**2.5.9.7 Códigos de construcción.**

Se define como código al conjunto de especificaciones que sirven para realizar un análisis, diseño y fabricación, construcción de un sistema u objeto; teniendo como finalidad de alcanzar un grado específico de seguridad, eficacia y funcionalidad. Entre las más usadas tenemos como ejemplo:

- ASME - Sociedad Americana de Ingenieros Mecánicos.
- ASTM – Sociedad Americana de Pruebas y Materiales.
- API – Instituto Americano del Petróleo.
- AISI – Instituto Americano del Hierro y el Acero.

2.5.9.7.1 Secciones del Código ASME.

Tabla 7

Secciones del Código ASME

Sección	Especificación
Sección I	Normas para la construcción de calderas a presión
Sección II	Material
Sección III	Normas para la construcción de componentes para plantas nucleares
Sección IV	Normas para la construcción de calderas de calefacción
Sección V	Ensayos no destructivos
Sección VI	Normas recomendadas para el mantenimiento y operación de calderas de calefacción
Sección VII	Directrices recomendadas para el mantenimiento de calderas
Sección VIII	Normas para la construcción de recipientes a presión
Sección IX	Soldaduras y cualificación de soldadura
Sección X	Recipientes a presión plásticos reforzados con fibra de vidrio
Sección XI	Normas para la inspección en servicios de componentes de plantas nucleares
Sección XII	Normas para la construcción y servicio continuado de tanques de transporte

2.5.9.7.2 Normas para ensayos de tintas penetrantes.

- E1417 – 99 Practica normalizada para el examen por líquidos penetrantes.
- E165 Método de Ensayo Estándar para el Examen por Líquidos Penetrantes.
- E1135 Método de Ensayo para la Comparación del Brillo de Penetrantes Fluorescentes.
- E433 Referencia Fotográfica para la Inspección por LP.
- E1208 Método de Ensayo para el Examen para Líquidos Penetrantes Fluorescentes usando procesos de Post-Emulsificación Lipofílica.
- E 1209 Método de Ensayo para el Examen para Líquidos Penetrantes Fluorescentes usando procesos de Lavable con Agua.

- E 1210 Método de Ensayo para el Examen para Líquidos Penetrantes Fluorescentes usando procesos de Post-Emulsificación Hidrofílica.
- E 1219 Método de Ensayo para el Examen para Líquidos Penetrantes Fluorescentes usando procesos Removibles con Solvente.
- E 1220 Método de Ensayo para el Examen para Líquidos Visibles usando procesos Removibles con solvente.
- E 1316 Terminología para Exámenes No Destructivos.
- E 1418 Método de Ensayo para el Examen para Líquidos Penetrantes Visibles usando procesos lavables con agua.

2.6 Discontinuidades en Soldadura

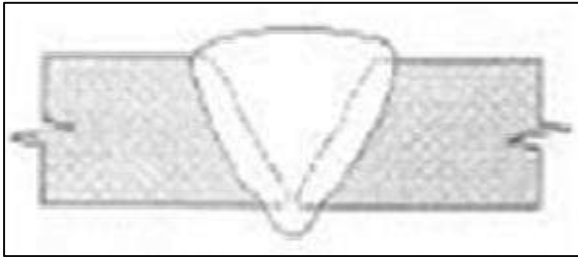
En soldadura, las discontinuidades se clasifican en: superficiales e internas

2.6.1 Discontinuidades Superficiales

- a. Exceso de penetración: Se produce por efecto de un movimiento que causa la penetración del electrodo dentro de los biseles, los cuales son distribuidos en esas áreas. Causa que el material chorree al interior y puede retener escoria o no en su interior. Este defecto puede producir en soldadura de gaseoductos, desgaste por erosión. La imagen radiográfica da una densidad más clara en el centro del ancho de la imagen, ya sea extendida a lo largo de la soldadura o en gotas circulares aisladas, pudiendo presentar en su interior una mancha deforme, negra. figura 17. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 17

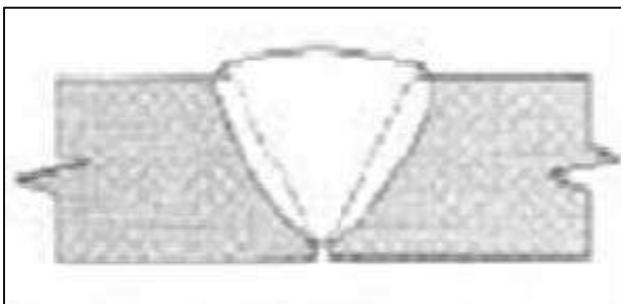
Exceso de penetración.



- b. Falta de penetración: Como en las uniones en U o en V son visibles por la cara posterior, esta imperfección puede considerarse superficial. A menudo la raíz de la soldadura no quedará adecuadamente rellena con metal dejando un vacío que aparecerá en la radiografía como una línea negra oscura firmemente marcada, gruesa y negra, continua o intermitente reemplazando el cordón de la primera pasada. Puede ser debida a una separación excesivamente pequeña de la raíz, a un electrodo demasiado grueso, a una corriente de soldadura insuficiente, a una velocidad excesiva de pasada, penetración incorrecta en la ranura. Este defecto por lo general no es aceptable y requiere la eliminación del cordón de soldadura anterior y repetición del proceso figura 18. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 18

Falta de penetración.

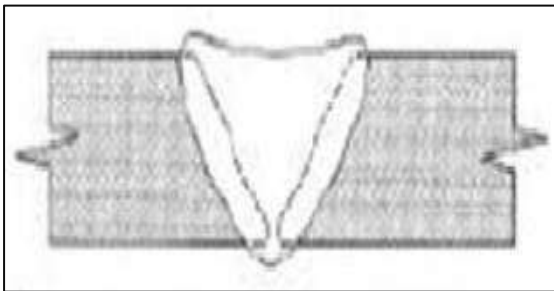


c. Concavidades. Estas discontinuidades se presentan de dos tipos:

Concavidad externa o falta de relleno: presenta una disminución de refuerzo externo, por poco depósito de material de aporte en el relleno del cordón. La imagen radiográfica muestra una densidad de la soldadura más oscura que la densidad de las piezas a soldarse, la cual se extiende a través del ancho completo de la imagen figura 19. (Echevarria, Defectología, 2002)

Figura 19

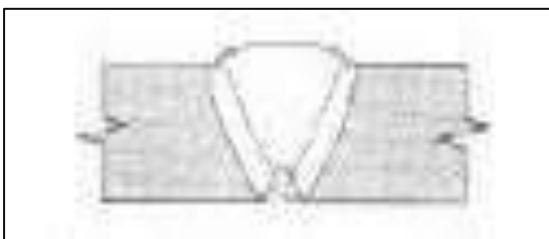
Concavidad externa



Concavidad interna: Insuficiente refuerzo interno de la soldadura en su cordón de primera pasada el cual al enfriarse disminuye su espesor pasando a ser menor que el del material base. figura 20.

Figura 20

Concavidad interna.



- d. Socavaduras o mordeduras de borde: La socavadura es una ranura fundida en el metal base, adyacente a la raíz de una soldadura o a la sobre monta, que no ha sido llenada por el metal de soldadura figura 21. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Causas y corrección

1. Exceso de calor - Corrija el amperaje de su maquina
2. Electrodo inadecuado - Cambie el electrodo
3. Manipulación incorrecta - Mejore el movimiento manual
4. Arco muy intenso - Corrija el arco
5. Velocidad inadecuada - Mejore la velocidad y corrija el movimiento del electrodo. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 21

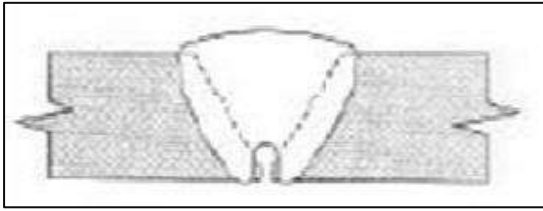
Socavaduras o mordeduras de borde.



- e. Quemado: Es una zona de la pasada de raíz donde la penetración excesiva ha causado que el aporte de la soldadura penetre dentro de la misma soplándose. Resulta de factores que producen excesivo calor en un área determinada, tales como: excesiva corriente, velocidad lenta del electrodo, manejo incorrecto del electrodo. Hay destrucción completa de los biseles. Esta discontinuidad se observa en la figura 22. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 22

Quemado



- f. Salpicaduras: Son imperfecciones consistentes en esferuelas de metal fundido depositadas aleatoriamente sobre el cordón y su vecindad. Pueden ser provocadas por humedad en el revestimiento del electrodo. En la figura 23 se observa esta discontinuidad. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 23

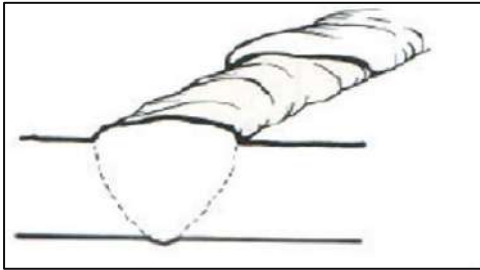
Salpicaduras de metal.



- g. Falta de continuidad del cordón: Se origina al interrumpir el soldador el cordón y no empalmar bien la reanudación del trabajo. Su severidad es muy variable ya que, en los casos más severos, pueden considerarse auténticas faltas de fusión transversales, en tanto que, en otras ocasiones, son simples surcos normales al eje del cordón. Su aspecto radiográfico es el de una línea oscura u oblicua, relativamente nítida figura 24. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 24

Falta de continuidad del cordón.

**2.6.2 Discontinuidades Internas**

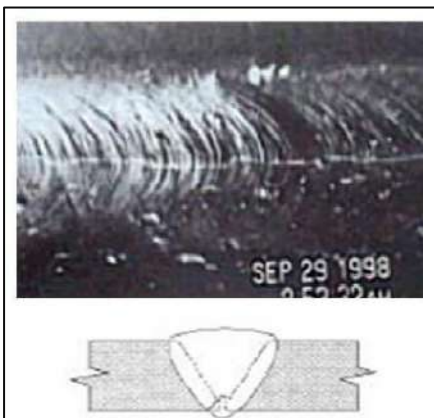
Pueden clasificarse en:

a. Fisuras longitudinales

Pueden producirse en el centro del cordón (generalmente por movimientos durante o posteriores a la soldadura) o en la interface del material base con el de aporte (por causa de un enfriamiento brusco o falta de un correcto precalentamiento en grandes espesores). Esta discontinuidad se observa en la figura 25. (Echevarria, Defectología, 2002)

Figura 25

Fisuras longitudinales

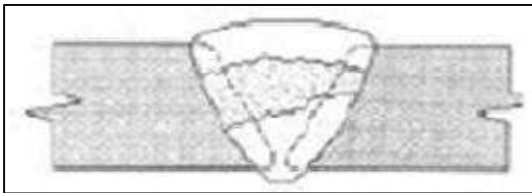


b. Fisuras transversales

“Producidas generalmente en aceros duros, por combinación de elementos que al enfriarse a la temperatura normal producen la fisura que puede o no prolongarse al metal base” figura N° 26. (Echevarria, Defectologia, 2002).

Figura 26

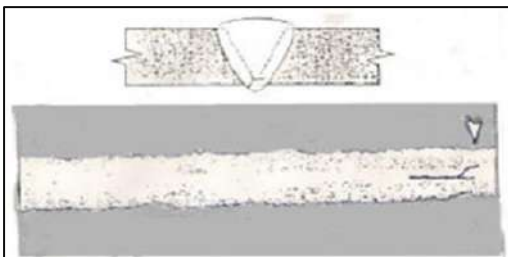
Fisuras transversales.

**c. Fisura de interrupción o arranque (o de cráter)**

“En el arranque de la soldadura por cambio de electrodo pueden producirse fisuras en forma de estrella por efecto del brusco enfriamiento y recalentamiento del material (son fisuras en caliente)”, figura 27. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 27

Fisura de interrupción



d. Fisuras alrededor del cordón (ZAC)

Fisuras en frío: “Se produce por la falta de precalentamiento (crítica para ciertos tipos de aceros), en aceros duros (estructura martensítica en ZAC como resultado del ciclo térmico de soldadura) o de mucho espesor”, figura 28. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 28

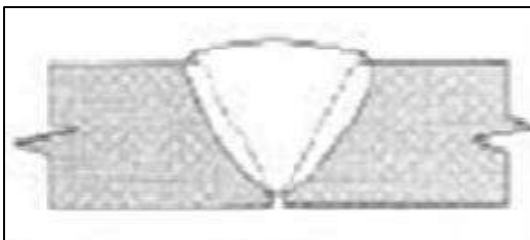
Fisuras en la zona afectada por el calor.

**e. Falta de penetración**

Se da en la zona de raíz cuando no ha penetrado el metal fundido. “Si la unión es en X o en K, la raíz queda en corazón mismo del cordón, siendo la falta del metal de aporte en dicha zona rigurosamente interna”, figura 29. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 29

Falta de penetración.

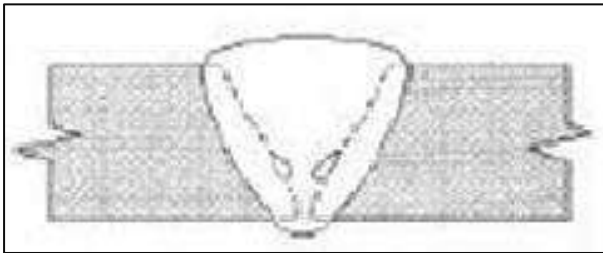


f. Falta de fusión

Generalmente ocasionada por falta de temperatura suficiente para fundir el metal base o el cordón anterior ya sólido, figura 30.

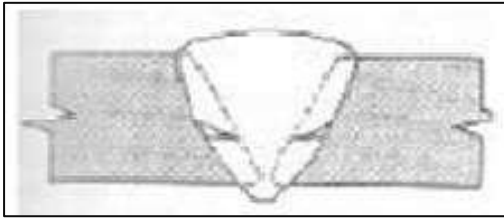
Figura 30

Falta de fusión.

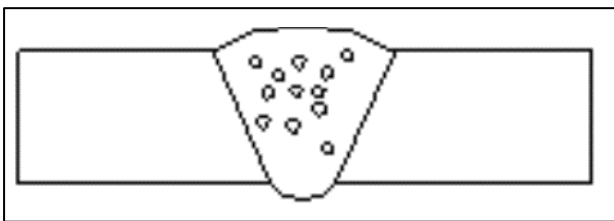
**g. Falta de fusión entre pasadas.**

Se produce en las interfaces de la soldadura, donde las capas adyacentes del metal, o el metal base y el metal de soldadura no se fusionan debidamente, por lo general debido a una capa muy fina de óxido que se forma en las superficies. Esta capa de óxido puede deberse a una falta de calentamiento del metal base o al depósito previo del metal de soldadura en volumen suficientemente alto que impide que cualquier capa de óxido, escoria, impurezas, etc. migre a la superficie.

“También puede deberse a la falta de corriente suficiente o la mala ubicación del arco eléctrico dentro de los biseles, el cual, al producirse más sobre uno, deja al otro sin fundir”, figura 31. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 31*Falta de fusión***2.6.3 Discontinuidades Como Inclusiones****a. Inclusiones gaseosas.**

Por diversas razones, en el metal de soldadura fundido se forman gases que pueden quedar atrapados si no hay tiempo suficiente para que escapen antes de la solidificación de la soldadura. El gas así atrapado, por lo general tiene la forma de agujeros redondos denominados porosidades esféricas, o de forma alargada llamados porosidad tubular o vermicular, figura 32. (Echevarria, 2002).

Figura 32*Inclusiones gaseosas.***b. Porosidad agrupada (nido de poros).**

“Producida generalmente por un agente oxidante o excesiva humedad del revestimiento. Pueden también encontrarse capas de óxido sobre los biseles, las que al fundirse desprenden gas. El tamaño de estos poros es igual en toda la zona”, (Echevarria, Defectología, 2002), figura 33.

Figura 33

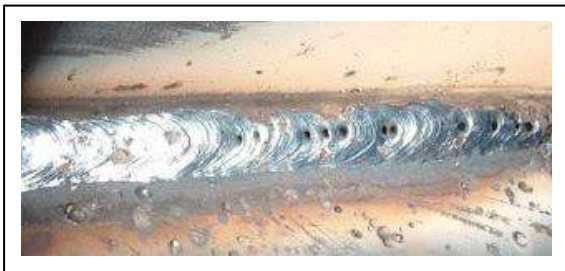
Porosidad agrupada

**c. Porosidad alineada.**

“Generalmente surge en la pasada de base del cordón soldado, por efecto de la dificultad de penetrar con el electrodo, por mala regulación eléctrica en correspondencia con el fundente utilizado por máquinas automáticas y por acumulación de algunos de los elementos del mismo” figura 34. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 34

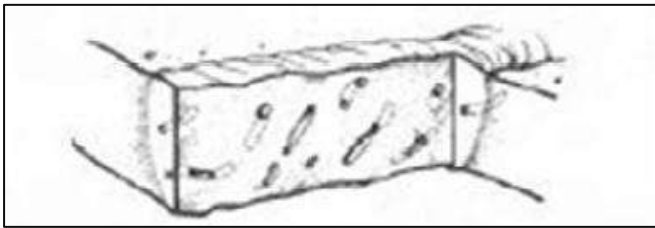
Porosidad alineada.

**d. Inclusiones no metálicas.**

Proviene de agentes extraños como pueden ser del material de aporte. Esta discontinuidad se observa en la figura 35. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 35

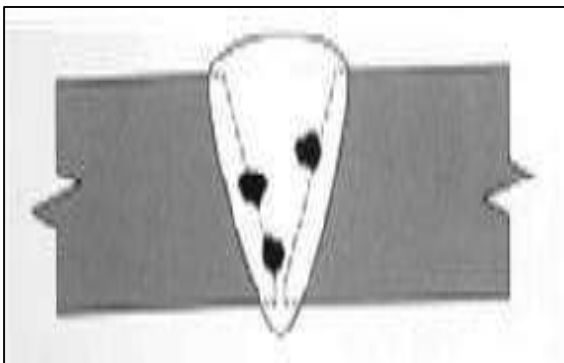
Inclusiones no metálicas.

**e. Inclusiones de escoria aisladas.**

“La mayoría de las soldaduras contienen escorias que han sido atrapadas en el metal depositado durante la solidificación. Son depósitos de carbón, óxidos metálicos y silicatos principalmente”, figura 36. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 36

Inclusión de escoria aisladas.



“Las escorias pueden provenir del revestimiento del electrodo o del fundente empleado. Las inclusiones de escoria se asocian frecuentemente a la falta de penetración, fusión deficiente, talón de raíz suficientemente grande, soldadura en V muy estrecha y deficiente habilidad del soldador”. (Echevarria, Defectologia, 2002)

f. Escorias alineadas.

Se producen por movimientos inadecuados del electrodo por parte del soldador. Quedan alineadas sobre el costado del cordón soldado. En el caso de la soldadura automática, el fundente suele quedar atrapado por una mala regulación de la máquina o por falta de limpieza, pero en este caso estará en el centro del cordón. Este tipo de defecto es muy agresivo, figura 37. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 37

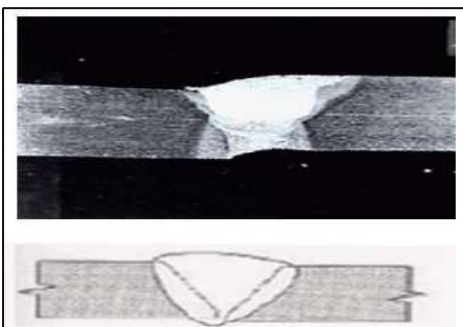
Escorias alineadas.

**g. Desalineado (high low).**

Des alineamiento de las partes a ser soldadas, figura 38. (Echevarria, Defectologia, 2002)

Figura 38

Desalineado.



CAPITULO III

TRABAJO EXPERIMENTAL

3.1 Documentos de Referencia

- ASME B31.3-2018. Process Piping (tuberías de proceso).
- ASME Section V – 2019. Nondestructive Examination (examen no destructivo).
- ASTM E165/E165M-18 Standard Practice for Liquid Penetrant Testing for General Industry.
(Práctica estándar para pruebas de líquidos penetrantes para la industria general)
- AWS D1.1

3.2 Materiales

- Kit de Tintes penetrantes.
- Penetrante CANTESCO P-101S-A
- Revelador CANTESCO D101-A
- Removedor CANTESCO C101-A Características de los
- Discos abrasivos.
- Cinta métrica.

En la figura 39 se observa el kit de tintes penetrantes usados en el trabajo investigación.

Figura 39*Kit de tintes penetrantes***3.2.1 Características de los Tintes Penetrantes****DYE CHECK REMOVER (limpiador)**

- Limpiador – renovador de secado rápido.
- Libre de sulfuros y cloruros trabaja incluso con aceros auténticos, titanio y acero inoxidable.
- Retira grasa, suciedad, óxido u otros contaminantes en la preparación de la superficie

DYE CHECK PENETRANT (penetrante)

- De color rojo de gran capilaridad.
- Penetra incluso en micro grietas.
- Evaporación lenta.

- Libre de cloruros y sulfuros.

DYE CHECK DEVELOPER (revelador)

- Película de color blanco que contrasta con el rojo intenso
- Revela las fallas donde se ha aplicado. Los tipos y tamaños de manchas depende de la falla y de su profundidad.

3.2.2 Características Técnicas de la Tubería

En la tabla 8, se menciona las características de la tubería

Tabla 8

Dimensiones de la tubería

Ø Nominal	Ø Exterior	Ø Interior	Espesor	Peso	Presión Trabajo	Presión Máxima	Longitud	Tipo de acero
Pulgadas	(mm)	(mm)	(mm)	(Kg/m)	-29 + 38 ° C, Psi	-29 + 38 ° C, Psi	(m)	Norma ASTM
6"	168.27	154.05	7.11	28.2	180	1530	10.0	A53-GRB

3.2.3 Características de las Bridas

En la figura 40 se observa la brida utilizada para unir a la tubería y en la tabla 9, se denotan las características de la brida.

Tabla 9

Características de la brida

Ø Exterior	Ø Interior	Espesor	Peso	Presión Trabajo	Presión Máxima	Longitud	Tipo de acero
Pulgadas	(mm)	(mm)	(Kg/m).	-29 + 38 ° C, Psi	-29 + 38 ° C, Psi	(m)	Norma ASTM
8"	154.05	7.11	28.2	180	1530	10.0	A53-GRB
6"	15.1	5.11	18.6	150	840	10.0	A53GRB

Figura 40

Brida de unión con la tubería.



3.2.4 Condiciones de Soldabilidad

En la tabla 10, se detallan las condiciones de soldabilidad de la tubería con las bridas.

Tabla 10

Condiciones de soldabilidad

Proceso	SMAW
Espesor de material base	7.11 mm
Posición de soldadura.	1G
Numero de pasadas	1
Tipo de corriente	DC
Polaridad	Invertida (DCEN)
Intensidad de corriente	120 amperios
Densidad de corriente	26 voltios
Material de aporte	E- 6011(pase de raíz) E- 7018 Pase de relleno y acabado. Diámetro del electrodo: 1/8"
Velocidad de soldadura	Variado (mm/s)
Tipo de junta A tope en "V" de 60°	

3.2.5 Especificaciones de generales del ensayo.

Tabla 11

Individualización del ensayo

Ensayo aplicado	Zona de inspección	Condición de la zona
- Material base. - Soldadura.	- Soldadura 1G. - ZAC.	- Sin tratamiento térmico.

3.2.6 Especificaciones de Técnica de Ensayo Aplicado

Tabla 12

Especificación técnica del ensayo aplicado en las juntas soldadas

Tipo	Método de remoción	Tipo de iluminación	Intensidad de luz
Tipo II Método A	Lavable con agua	Natural	Luz natural > 1000 Lux
Condición de Superficie a examinar	Especificación		
Libre de óxidos y grasas	ASTM 165		

3.2.7 Procedimiento para Realizar el Ensayo por Tintes Penetrantes

Para el ensayo de tintas penetrantes se realizó el siguiente procedimiento:

- Se usa el líquido dye check remover para retirar polvos, óxidos, aceites, etc., que son los agentes principales que impiden la acción del líquido penetrante, el tiempo de su acción en la superficie soldada es de 10 minutos. En la figura 41 se observa el rociado del líquido removedor para limpiar las impurezas del cordón.

Figura 41

Limpieza del cordón con el líquido removedor



El líquido penetrante dye check penetrant se aplica a una distancia aproximada de 15 cm y permanece en la superficie de soldadura por 12 minutos. En la figura 42 se observa el rociado del líquido penetrante.

Figura 42

Rociado del líquido penetrante.



Se retira la cantidad de tinta en exceso en la junta soldada con una tela de algodón empapada en agua.

- El líquido revelador dye check developer, se aplica de forma uniforme sobre el cordón de soldadura durante cinco minutos. En la figura 43 se observa el rociado del líquido revelador.

Figura 43

Junta de soldadura cubierto por el revelador.



Luego de ejecutar los pasos anteriores, empieza la inspección visual de las juntas soldadas, método por el cual se trata de ubicar las discontinuidades superficiales, y ser evaluarlas según el código de la AWS D1 .1. Todas las juntas fueron sometidas a este ensayo.

3.2.7.1 Condiciones que deben tener en cuenta en las operaciones para ensayo por tintes penetrantes.

a. Tiempo de secado de los productos utilizados en la limpieza previa de la superficie.

Es necesaria que la pieza este completamente seca después de la limpieza, para evitar que los residuos líquidos dificulten la penetración del penetrante.

El secado se puede realizar con aire comprimido a temperatura ambiente o con aire caliente, no excediendo de 52°C, con un tiempo mínimo comprendido entre 5 a 10 minutos.

b. Método de aplicación de los líquidos penetrantes y tiempo de penetración.

El penetrante puede aplicarse mediante spray o brocha, asegurándose de cubrir completamente el área a inspeccionar con una capa uniforme, sin dejar espacios sin cubrir. El tiempo mínimo de penetración debe ser el especificado por el fabricante del penetrante, aunque en general no debe ser inferior a 10 a 15 minutos.

Es esencial utilizar materiales absorbentes que sean secos, limpios y de color blanco para retirar los residuos, empleando también materiales humedecidos con el removedor correspondiente. Es importante evitar materiales que puedan afectar la calidad de la inspección, como aquellos que suelten polvo, fibras, o que contengan grasa o aceites.

Tras eliminar el exceso de penetrante, la superficie debe secarse por evaporación natural, pudiendo acelerar el proceso con un chorro de aire o material absorbente. Para la evaporación natural se debe esperar al menos 5 minutos. La figura 42 ilustra la aplicación del penetrante.

El revelador debe aplicarse inmediatamente después de retirar el exceso de penetrante y secar la superficie, en un plazo máximo de 20 minutos. Este se aplicará mediante aerosol, sin permitir el uso de pinceles, brochas u otros métodos similares.

Para aplicar un revelador húmedo, es necesario agitar el recipiente para mantener las partículas sólidas en suspensión y asegurar la homogeneidad del producto. La aplicación debe realizarse de manera que se logre una capa fina y uniforme sobre la superficie a examinar.

El revelador actúa absorbiendo el penetrante atrapado dentro de las discontinuidades y proporciona un fondo contrastante que facilita la visibilidad de las indicaciones.

3.2.8 Criterios de Aceptación

La norma ASTM E165 establece los criterios y procedimientos para realizar ensayos de líquidos penetrantes, un método no destructivo para detectar discontinuidades superficiales en materiales. Los criterios de rechazo pueden variar según las especificaciones del cliente o de la aplicación, pero generalmente se basan en el tipo, tamaño, y cantidad de indicaciones (o defectos) detectados en la superficie de la probeta.

Los criterios típicos de rechazo incluyen:

- **Tamaño de las indicaciones:** Se establece un tamaño máximo permitido para las indicaciones individuales (como grietas, poros o fisuras). Si una indicación excede este tamaño, la probeta puede ser rechazada.
- **Cantidad de indicaciones:** En algunas aplicaciones, se permite un número limitado de indicaciones pequeñas. Si la cantidad de indicaciones excede el límite, la probeta también puede ser rechazada.
- **Tipo de discontinuidad:** Ciertos tipos de defectos, como grietas o fisuras abiertas, suelen ser inaceptables independientemente de su tamaño, debido a que pueden afectar gravemente la integridad estructural.
- **Distribución de las indicaciones:** Si las indicaciones están agrupadas en una región específica (concentración de defectos), puede considerarse una zona débil y, por lo tanto, puede ser causa de rechazo.

Es importante tener en cuenta que la ASTM E165 proporciona directrices generales, y los criterios específicos de aceptación o rechazo deben definirse en función del estándar o de los requerimientos de calidad de la aplicación para la cual se realiza el ensayo.

La norma ASTM E165 en sí misma no define un tamaño máximo específico para las indicaciones detectadas en los ensayos de líquidos penetrantes. En cambio, proporciona el método y las pautas para realizar el ensayo, pero deja la determinación de los criterios de aceptación o rechazo (como el tamaño máximo permitido) a las especificaciones de la pieza, el material, el estándar de calidad aplicable, o los requisitos del cliente.

En muchas aplicaciones industriales, el tamaño máximo permitido para las indicaciones superficiales se establece en normas complementarias o códigos específicos, como pueden ser normas de soldadura (AWS), aeronáuticas (ASME), o de construcción (ASTM o ISO específicos). Por ejemplo, en aplicaciones de soldadura, códigos como el AWS D1.1 para estructuras de acero pueden definir tamaños máximos para diferentes tipos de discontinuidades.

En vista de lo dicho anteriormente, para la aceptación o no de las discontinuidades, se basó en el código ASME (2018) en su Capítulo VI, ítem 344.4.2 Acceptance Criteria; indica que: “Solo las indicaciones que tengan alguna dimensión superior a 1,5 mm (1/16 pulg.) se considerarán relevantes”. En relación a esto, el mismo código establece los criterios de aceptación, como se muestra en la siguiente tabla:

Tabla 13*Criterio de Aceptación PT, ASME B31.3-2018*

Indicaciones	Examen
<ul style="list-style-type: none"> • Una indicación lineal es aquella que tiene una longitud mayor que tres veces su ancho. • Una indicación redondeada es una de forma circular o elíptica con una longitud igual o menor que tres veces su ancho. 	<p>Todas las superficies a examinar deben estar libres de:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Indicaciones lineales relevantes. • Indicaciones redondeadas relevantes > 5,0 mm (1/16 pulg.) • Cuatro o más indicaciones redondeadas relevantes en una línea separada por 1,5 mm (3/16 pulg.) o menos, de borde a borde.

3.2.9 Detección de discontinuidades.

Para el presente trabajo de investigación se inspeccionaron 120 juntas de tubería de 6” soldadas con las bridas, en tuberías perteneciente al proyecto de Humectación Stock de Crudos lado Nor-Oeste en Shougang Hierro Perú.

Tabla 14*Resultado de inspección de juntas – Semana I*

Ítem	Reporte	N° Junta	Indicaciones	Dimensión	Resultado
1	PHSC-SHP0001	V-001	Ninguna	---	Aceptado
2	PHSC-SHP0002	V-002	Ninguna	---	Aceptado
3	PHSC-SHP0003	V-003	Ninguna	---	Aceptado
4	PHSC-SHP0004	V-004	Ninguna	---	Aceptado
5	PHSC-SHP0005	V-005	Ninguna	---	Aceptado
6	PHSC-SHP0006	V-006	Ninguna	---	Aceptado
7	PHSC-SHP0007	V-007	Lineal	1.6 mm	Rechazado
8	PHSC-SHP0008	V-008	Ninguna	---	Aceptado
9	PHSC-SHP0009	V-009	Ninguna	---	Aceptado
10	PHSC-SHP0010	V-010	Ninguna	---	Aceptado
11	PHSC-SHP0011	V-011	Ninguna	---	Aceptado
12	PHSC-SHP0012	V-012	Ninguna	---	Aceptado
13	PHSC-SHP0013	V-013	Ninguna	---	Aceptado
14	PHSC-SHP0014	V-014	Lineal	1.8 mm	Rechazado
15	PHSC-SHP0015	V-015	Redondeada	---	Aceptado
16	PHSC-SHP0016	V-016	Ninguna	---	Aceptado
17	PHSC-SHP0017	V-017	Ninguna	---	Aceptado
18	PHSC-SHP0018	V-018	Lineal	1.8 mm	Rechazado
19	PHSC-SHP0019	V-019	Ninguna	---	Aceptado
20	PHSC-SHP0020	V-020	Lineal	1.9 mm	Rechazado
21	PHSC-SHP0021	V-021	Ninguna	---	Aceptado
22	PHSC-SHP0022	V-022	Ninguna	---	Aceptado
23	PHSC-SHP0023	V-023	Ninguna	---	Aceptado
24	PHSC-SHP0024	V-024	Ninguna	---	Aceptado
25	PHSC-SHP0025	V-025	Ninguna	---	Aceptado

Tabla 15*Porcentaje de defectos en la inspección de juntas por END*

Total Juntas	Juntas Reparadas
25	4
100%	16%

Figura 44

Gráfico de inspección de juntas por END – Líquidos penetrantes

**Tabla 16**

Resultado de inspección de juntas – Semana II

Ítem	Reporte	N° Junta	Indicaciones	Dimensión	Resultado
26	PHSC-SHP0026	V-026	Ninguna	---	Aceptado
27	PHSC-SHP0027	V-027	Ninguna	---	Aceptado
28	PHSC-SHP0028	V-028	Lineal	1.90 mm	Rechazado
29	PHSC-SHP0029	V-029	Ninguna	---	Aceptado
30	PHSC-SHP0030	V-030	Ninguna	---	Aceptado
31	PHSC-SHP0031	V-031	Ninguna	---	Aceptado
32	PHSC-SHP0032	V-032	Ninguna	---	Aceptado
33	PHSC-SHP0033	V-033	Ninguna	---	Aceptado
34	PHSC-SHP0034	V-034	Ninguna	---	Aceptado
35	PHSC-SHP0035	V-035	Ninguna	---	Aceptado
36	PHSC-SHP0036	V-036	Ninguna	---	Aceptado
37	PHSC-SHP0037	V-037	Lineal	1.70 mm	Rechazado
38	PHSC-SHP0038	V-038	Ninguna	---	Aceptado
39	PHSC-SHP0039	V-039	Ninguna	---	Aceptado
40	PHSC-SHP0040	V-040	Ninguna	---	Aceptado
41	PHSC-SHP0041	V-041	Redondeada	1.3 mm	Aceptado
42	PHSC-SHP0042	V-042	Ninguna	---	Aceptado
43	PHSC-SHP0043	V-043	Ninguna	---	Aceptado
44	PHSC-SHP0044	V-044	Ninguna	---	Aceptado
45	PHSC-SHP0045	V-045	Ninguna	---	Aceptado
46	PHSC-SHP0046	V-046	Ninguna	---	Aceptado

47	PHSC-SHP0047	V-047	Ninguna	---	Aceptado
48	PHSC-SHP0048	V-048	Ninguna	---	Aceptado
49	PHSC-SHP0049	V-049	Ninguna	---	Aceptado
50	PHSC-SHP0050	V-050	Ninguna	---	Aceptado

Tabla 17

Porcentaje de defectos en la inspección de juntas por END, Semana II

Total Juntas	Juntas Reparadas
25	2
100%	8%

Figura 45

Gráfico de inspección de juntas por END, Semana II



Tabla 18*Resultado de inspección de juntas – Semana III*

Ítem	Reporte	N° Junta	Indicaciones	Dimensión	Resultado
51	PHSC-SHP0051	V-051	Ninguna	---	Aceptado
52	PHSC-SHP0052	V-052	Ninguna	---	Aceptado
53	PHSC-SHP0053	V-053	Lineal	---	Aceptado
54	PHSC-SHP0054	V-054	Ninguna	---	Aceptado
55	PHSC-SHP0055	V-055	Ninguna	---	Aceptado
56	PHSC-SHP0056	V-056	Ninguna	---	Aceptado
57	PHSC-SHP0057	V-057	Ninguna	---	Aceptado
58	PHSC-SHP0058	V-058	Ninguna	---	Aceptado
59	PHSC-SHP0059	V-059	Ninguna	---	Aceptado
60	PHSC-SHP0060	V-060	Ninguna	---	Aceptado
61	PHSC-SHP0061	V-061	Ninguna	---	Aceptado
62	PHSC-SHP0062	V-062	Lineal	---	Aceptado
63	PHSC-SHP0063	V-063	Ninguna	---	Aceptado
64	72SC-SHP0064	V-064	Redondeada	1,3 mm	Aceptado
65	PHSC-SHP0065	V-065	Ninguna	---	Aceptado
66	PHSC-SHP0066	V-066	Redondeada	---	Aceptado
67	PHSC-SHP0067	V-067	Ninguna	---	Aceptado
68	PHSC-SHP0068	V-068	Ninguna	---	Aceptado
69	PHSC-SHP0069	V-069	Ninguna	---	Aceptado
70	PHSC-SHP0070	V-070	Ninguna	---	Aceptado
71	PHSC-SHP0071	V-071	Ninguna	---	Aceptado
72	PHSC-SHP0072	V-072	Ninguna	---	Aceptado
73	PHSC-SHP0073	V-073	Ninguna	---	Aceptado
74	PHSC-SHP0074	V-074	Ninguna	---	Aceptado
75	PHSC-SHP0075	V-075	Ninguna	---	Aceptado

Tabla 19*Porcentaje de defectos en la inspección de juntas por END, Semana III*

Total Juntas	Juntas Reparadas
25	0
100%	0%

Figura 46

Gráfico de inspección de juntas por END, Semana III

**Tabla 20**

Resultado de inspección de juntas – Semana IV

Ítem	Reporte	N° Junta	Indicaciones	Dimensión	Resultado
76	PHSC-SHP0076	V-076	Ninguna	---	Aceptado
77	PHSC-SHP0077	V-077	Ninguna	---	Aceptado
78	PHSC-SHP0078	V-078	Lineal	---	Aceptado
79	PHSC-SHP0079	V-079	Ninguna	---	Aceptado
80	PHSC-SHP0080	V-080	Ninguna	---	Aceptado
81	PHSC-SHP0081	V-081	Ninguna	---	Aceptado
82	PHSC-SHP0082	V-082	Ninguna	---	Aceptado
83	PHSC-SHP0083	V-083	Ninguna	---	Aceptado
84	PHSC-SHP0084	V-084	Ninguna	---	Aceptado
85	PHSC-SHP0085	V-085	Ninguna	---	Aceptado
86	PHSC-SHP0086	V-086	Ninguna	---	Aceptado
87	PHSC-SHP0087	V-087	Lineal	---	Aceptado
88	P1HSC-SHP088	V-088	Ninguna	---	Aceptado
89	72SC-SHP0089	V-089	Ninguna	---	Aceptado
90	PHSC-SHP0090	V-090	Ninguna	---	Aceptado
91	PHSC-SHP0091	V-091	Redondeada	1.2 mm	Aceptado
92	PHSC-SHP0092	V-092	Ninguna	---	Aceptado
93	PHSC-SHP0093	V-093	Ninguna	---	Aceptado
94	PHSC-SHP0094	V-094	Ninguna	---	Aceptado
95	PHSC-SHP0095	V-095	Ninguna	---	Aceptado
96	PHSC-SHP0096	V-096	Ninguna	---	Aceptado

97	PHSC-SHP0097	V-097	Ninguna	---	Aceptado
98	PHSC-SHP0098	V-098	Ninguna	---	Aceptado
99	PHSC-SHP0099	V-099	Ninguna	---	Aceptado
100	PHSC-SHP0100	V-100	Ninguna	---	Aceptado

Tabla 21

Porcentaje de defectos en la inspección de juntas por END, Semana IV

Total Juntas	Juntas Reparadas
25	0
100%	0%

Figura 47

Gráfico de inspección de juntas por END, Semana IV



Tabla 22*Resultado de inspección de juntas – Semana V*

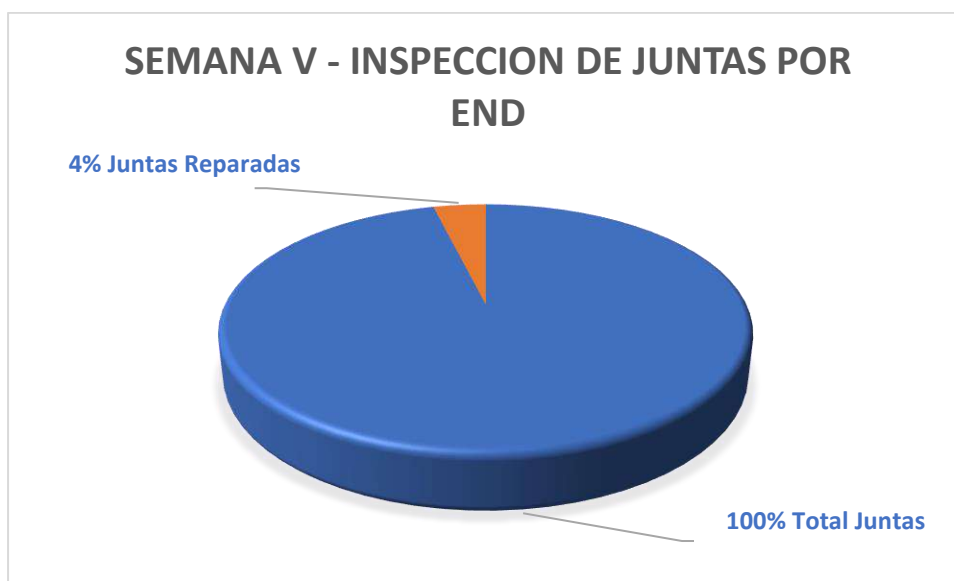
Ítem	Reporte	N° Junta	Indicaciones	Dimensión	Resultado
101	PHSC-SHP0001	V-101	Ninguna	---	Aceptado
102	PHSC-SHP0002	V-102	Ninguna	---	Aceptado
103	PHSC-SHP0003	V-103	Ninguna	---	Aceptado
104	PHSC-SHP0004	V-104	Ninguna	---	Aceptado
105	PHSC-SHP0005	V-105	Ninguna	---	Aceptado
106	PHSC-SHP0006	V-106	Ninguna	---	Aceptado
107	PHSC-SHP0007	V-107	Lineal	1.6 mm	Rechazado
108	PHSC-SHP0008	V-108	Ninguna	---	Aceptado
109	PHSC-SHP0009	V-109	Ninguna	---	Aceptado
110	PHSC-SHP0010	V-110	Lineal	---	Aceptado
111	PHSC-SHP0011	V-111	Ninguna	---	Aceptado
112	PHSC-SHP0012	V-112	Ninguna	---	Aceptado
113	PHSC-SHP0013	V-113	Ninguna	---	Aceptado
114	PHSC-SHP0014	V-114	Ninguna	---	Aceptado
115	PHSC-SHP0015	V-115	Lineal	---	Aceptado
116	PHSC-SHP0016	V-116	Ninguna	---	Aceptado
117	PHSC-SHP0017	V-117	Ninguna	---	Aceptado
118	PHSC-SHP0018	V-118	Ninguna	---	Aceptado
119	PHSC-SHP0019	V-119	Ninguna	---	Aceptado
120	PHSC-SHP0020	V-120	Lineal	---	Aceptado

Tabla 23*Porcentaje de defectos en la inspección de juntas por END, Semana V*

Total Juntas	Juntas Reparadas
25	1
100%	4%

Figura 48

Gráfico de inspección de juntas por END, Semana V



3.3 Resultados y Discusión

Mediante el Ensayo de Tintes Penetrantes, aplicadas a las juntas soldadas de las tuberías del proyecto de humectación Stock de Crudos lado Nor-Oeste en Shougang Hierro Perú, se lograron detectar un total de 12 (doce) discontinuidades de acuerdo a los reportes de inspección, que se resumen en la tabla 24.

Tabla 24

Resumen de las discontinuidades encontradas

Semana	Total, de Juntas Inspeccionadas	Discontinuidades Detectadas			Tipos de Discontinuidades
		Rechazadas	Aceptadas	Total	
I	25	4	1	5	Lineal/Redondeada
II	25	2	1	3	Lineal/redondeada
III	25	0	1	1	Redondeada
IV	25	0	1	1	Redondeada
V	20	1	1	2	Lineal/redondeada

Tabla 25

Porcentaje de defectos en la inspección de juntas por END, Resumen Total

Resumen Total Juntas	Total Juntas Reparadas
120	12
100%	10%

Figura 49

Gráfico de inspección de juntas por END, Resumen Total



CAPITULO IV

CONCLUSIONES

1. La implementación de un control de calidad mediante ensayos no destructivos por líquidos penetrantes mejora significativamente la identificación de discontinuidades superficiales en las uniones soldadas por SMAW en las tuberías de acero ASTM A-53. Esto contribuye a optimizar la integridad estructural de las tuberías destinadas al transporte de agua salina, reduciendo el riesgo de fugas y posibles fallas en el sistema de humectación de stock de crudos en Shougang Hierro Perú. Esta metodología de inspección puede establecerse como un estándar confiable para proyectos de transporte de agua en entornos similares.
- 2.- Las inspecciones realizadas en las uniones soldadas por SMAW en tuberías de acero ASTM A-53 muestran que las discontinuidades superficiales predominantes son la porosidad, las grietas y las socavaciones. La frecuencia de estas discontinuidades está directamente relacionada con la calidad de la técnica de soldadura utilizada, resaltando la importancia de aplicar prácticas de soldadura adecuadas para reducir estos defectos.
- 3.- Conclusión parcial: El ensayo de líquidos penetrantes demostró ser altamente eficaz para la detección de discontinuidades superficiales, identificando más del 90% de los defectos en las uniones soldadas de las tuberías de acero ASTM A-53. Esto valida la aplicabilidad de este método como una herramienta confiable en el control de calidad de soldaduras, asegurando una inspección exhaustiva de las superficies soldadas.
- 4.- La implementación de medidas correctivas y preventivas, fundamentadas en los resultados obtenidos del ensayo de líquidos penetrantes, ha reducido considerablemente la incidencia de defectos en las soldaduras. Esto no solo mejora la calidad de las uniones soldadas, sino que también contribuye a prolongar la vida útil de las tuberías en el proyecto, fortaleciendo la confiabilidad del sistema de transporte de agua salina.

CAPITULO V

RECOMENDACIONES

1. Dado que la calidad de la soldadura influye directamente en la frecuencia de defectos como porosidad, grietas y socavaciones, se recomienda brindar capacitación adicional a los soldadores. El entrenamiento en técnicas avanzadas de soldadura SMAW y en prácticas para minimizar defectos comunes puede reducir significativamente estas discontinuidades.
2. Debido a la efectividad de los ensayos de líquidos penetrantes para detectar más del 90% de las discontinuidades, se sugiere establecer un programa de inspección regular para monitorear el estado de las soldaduras a lo largo de la vida útil de las tuberías. Esto permitiría la identificación temprana de defectos antes de que comprometan la integridad del sistema.
3. Las condiciones de operación en ambientes corrosivos pueden aumentar la aparición de discontinuidades. Como medida preventiva, se recomienda evaluar el uso de recubrimientos protectores adicionales o el tratamiento de las soldaduras con materiales que incrementen la resistencia a la corrosión. Esto podría minimizar el impacto de la exposición a ambientes agresivos y prolongar la durabilidad de las soldaduras.
4. Con base en los resultados de los ensayos, se aconseja aplicar medidas correctivas (como el rectificado o la reparación de soldaduras defectuosas) inmediatamente después de detectar discontinuidades significativas. Además, llevar un registro detallado de estos hallazgos y de las acciones correctivas implementadas puede ayudar a analizar patrones
- 5.- Revisar y, de ser necesario, actualizar los procedimientos de soldadura y los estándares de calidad aplicados al proyecto para asegurar que cumplen con las mejores prácticas de la industria. Esto puede incluir establecer límites más estrictos para las discontinuidades aceptables, especialmente en condiciones de operación crítica.

Estas recomendaciones pueden ayudar a optimizar la calidad y la confiabilidad de las soldaduras en el proyecto, asegurando que las tuberías mantengan su integridad en condiciones operativas desafiantes.

REFERENCIA BIBLIOGRÁFICA

- ASTM International. (2012). *ASTM E165/165M-12 Standard Practice for Liquid Penetrant Examination for General Industry*. West Conshohocken. Pensilvania. Obtenido de <https://www.astm.org>
- AWS. (1992). *Specification for Carbon Steel Electrodes for Shielded Metal Arc Welding*.
- AWS. (1996). *Términos y definiciones para el soldeo Normalizados*.
- AWS. (2012). *Símbolos estándares para soldadura, soldadura fuerte y examinación no destructiva*.
- Baldarrago Berroa, R. (2015). *Inspección visual y líquidos penetrantes en uniones soldadas*. Tesis de pre grado, Universidad Nacional de San Agustín, Arequipa. Obtenido de <http://repositorio.unsa.edu.pe>
- C.A. de la Vega, M. (1988). *Control de calidad en soldadura industrial*.
- Casola López, I. (2008.). *“Líquidos Penetrantes, Un Método No Destructivo”*. Instituto Politécnico Nacional, México. Obtenido de <https://tesis.ipn.mx/xmlui/bitstream/handle/123456789/1468/IM%20110.pdf?sequence=1>
- Ceron Ramos, B. (2019). *Control de calidad de soldadura industriales mediante Ensayos No Destructivos (END)*. Tesis de pre grado, Universidad Nacional de San Cristobal de Huamanga, Ayacucho. Obtenido de <http://repositorio.unsch.edu.pe/>
- Echevarria, R. (2000). *Líquidos penetrantes*.
- Echevarria, R. (2002). *Defectología*. Universidad Nacional de Comahue, Santiago de Chile, Chile.
- Hernández Riesco, G. (2007). *Manual del soldador* (18va Edición ed.).
- Horwitz, H. (1976). *Soldadura: aplicaciones y practica*.
- Howard B., C. (1980). *Manual de soldadura moderna* (2da Edición ed.).
- Izurieta Yáñez, S. (2017). *Evaluación de defectos y discontinuidades de la soldadura por medio de la aplicación de Ensayos No Destructivos, en la fabricación de tuberías de 3000 mm de diámetro*. Universidad Politécnica Salesiana del Ecuador, Guayaquil. Obtenido de <https://dspace.ups.edu.ec/>
- Lesur, L. (1995). *Soldadura con arco electrico*.
- Mobilla, M. (2015). *Tecnología de inspección de soldadura*.
- Rodríguez Rendón, V. (2017). *Diseño de una línea de inspección mediante líquidos penetrantes para pieza de aluminio en la industria aeronáutica*. Universidad de Caliz .
- Sánchez Sarmiento, J. C. (2012). *Estudio Del Ensayo No Destructivo Ultrasónico Aplicado A Líneas De Tubería Submarinas En Mantenimiento*. Universidad Libre, Bogotá. Obtenido de <https://repository.unilibre.edu.co/bitstream/handle/10901/6392/SanchezSarmientoJulieCarolina2012.pdf?sequence=1>

Soldexa. (2010). *Manual de soldadura y catalogo de productos* (7ma Edición ed.).

Suarez, P, R. (2017). *Valorización de los cordones de soldadura en las tuberías de proceso mediante la inspección de tintas penetrantes, gammagrafía industrial y ultrasonido avanzado en la Planta de almacenamiento de GLP ubicado en Monteverde, Provincia de Santa Elena*. Universidad Estatal Península de Santa Elena. Obtenido de <https://repositorio.upse.edu.ec>

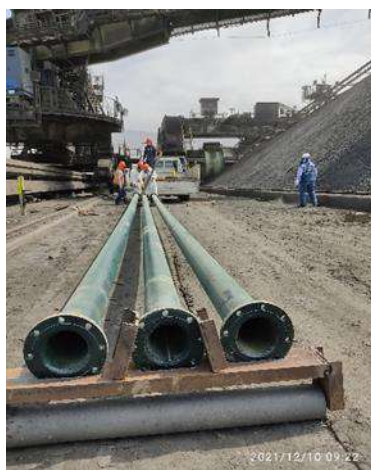
Villalta, A. (2014). *Optimización y control de calidad en la construcción de celdas de flotación de molibdeno empleando Acero astm A36*. Universidad Nacional de San Agustín de Arequipa.

ANEXOS

Anexo 1

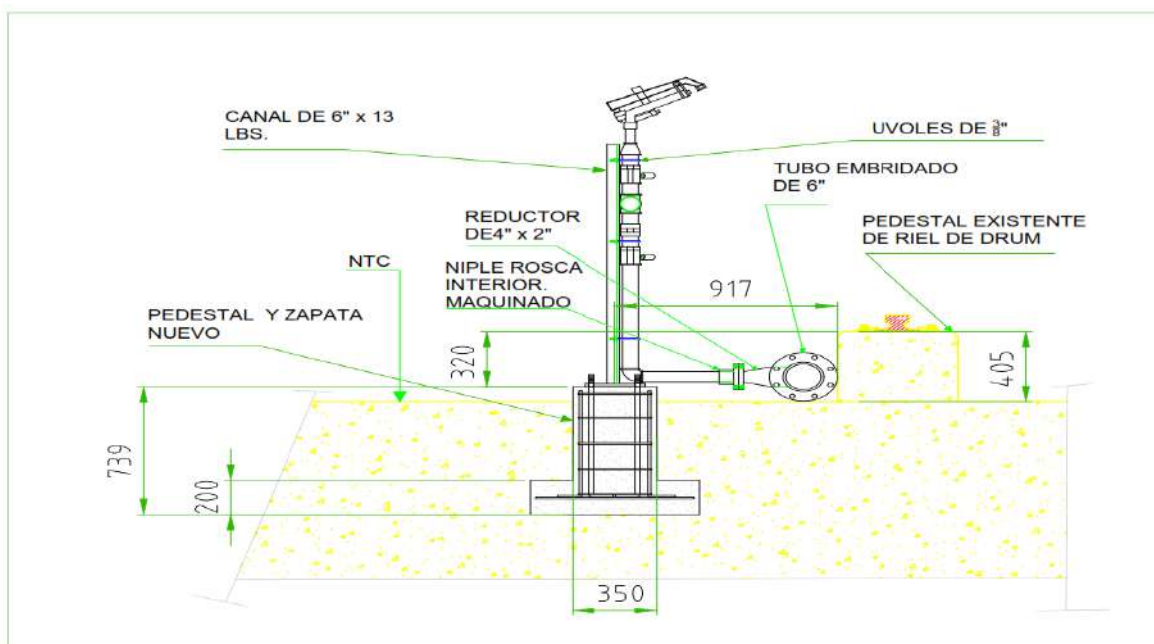
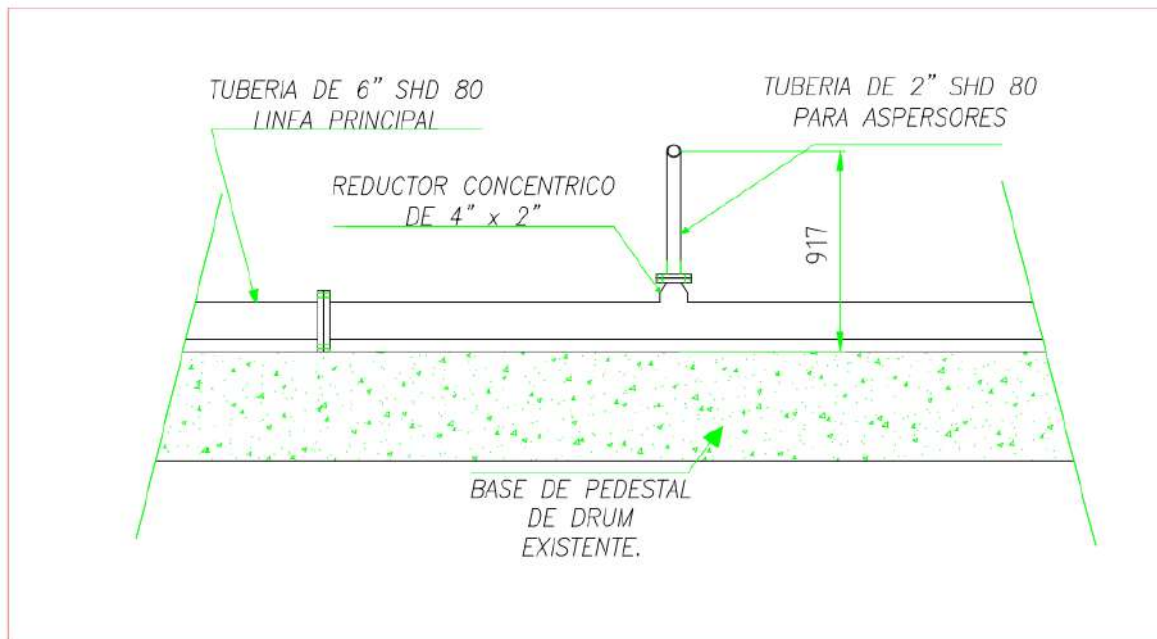
Algunas fotografías que visualizan el trabajo realizado in situ.

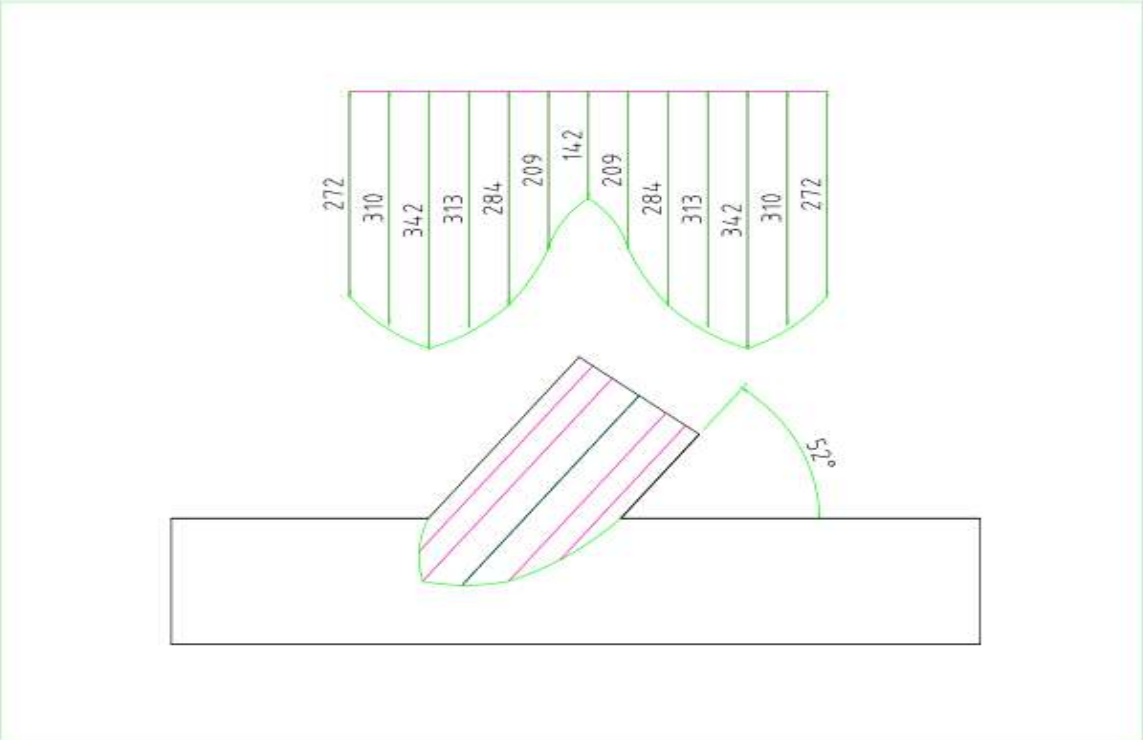
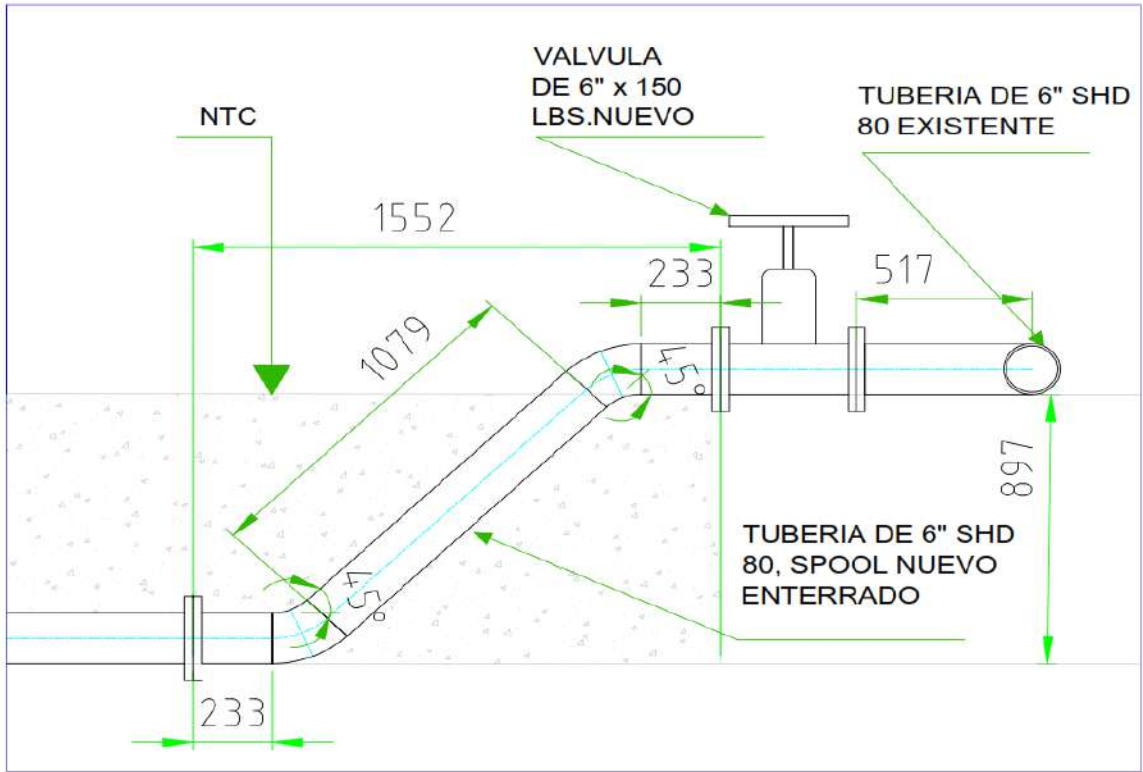




Anexo 2

Planos de sistema de tuberías de acero ASTM A-53 y accesorios





Anexo 3

Código ASTM A165



Designation: E 165 – 95

An American National Standard

Standard Test Method for Liquid Penetrant Examination¹

This standard is issued under the fixed designation E 165; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method² covers procedures for penetrant examination of materials. They are nondestructive testing methods for detecting discontinuities that are open to the surface such as cracks, seams, laps, cold shuts, laminations, through leaks, or lack of fusion and are applicable to in-process, final, and maintenance examination. They can be effectively used in the examination of nonporous, metallic materials, both ferrous and nonferrous, and of nonmetallic materials such as glazed or fully densified ceramics, certain nonporous plastics, and glass.

1.2 This test method also provides a reference:

1.2.1 By which a liquid penetrant examination process recommended or required by individual organizations can be reviewed to ascertain its applicability and completeness.

1.2.2 For use in the preparation of process specifications dealing with the liquid penetrant examination of materials and parts. Agreement by the user and the supplier regarding specific techniques is strongly recommended.

1.2.3 For use in the organization of the facilities and personnel concerned with the liquid penetrant examination.

1.3 This test method does not indicate or suggest criteria for evaluation of the indications obtained. It should be pointed out, however, that after indications have been produced, they must be interpreted or classified and then evaluated. For this purpose there must be a separate code or specification or a specific agreement to define the type, size, location, and direction of indications considered acceptable, and those considered unacceptable.

1.4 The values stated in inch-pound units are to be regarded as the standard. SI units are provided for information only.

1.5 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.* For specific hazard statements, see Note 5, Note 12, and Note 20.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee E-7 on Nondestructive Testing and is the direct responsibility of Subcommittee E07.03 on Liquid Penetrant and Magnetic Particle Methods.

Current edition approved Jan. 15, 1995. Published March 1995. Originally published as E 165 – 60 T. Last previous edition E 165 – 94.

² For ASME Boiler and Pressure Vessel Code applications see related Recommended Test Method SE-165 in the Code.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 129 Test Method for Sulfur in Petroleum Products (General Bomb Method)³

D 516 Test Method for Sulfate Ion in Water⁴

D 808 Test Method for Chlorine in New and Used Petroleum Products (Bomb Method)³

D 1193 Specification for Reagent Water⁴

D 1552 Test Method for Sulfur in Petroleum Products (High-Temperature Method)³

D 4327 Test Method for Anions in Water by Chemically Suppressed Ion Chromatography⁴

E 433 Reference Photographs for Liquid Penetrant Inspection⁵

E 543 Practice for Evaluating Agencies that Perform Nondestructive Testing⁵

E 1208 Test Method for Fluorescent Liquid Penetrant Examination Using the Lipophilic Post-Emulsification Process⁵

E 1209 Test Method for Fluorescent Liquid Penetrant Examination Using the Water-Washable Process⁵

E 1210 Test Method for Fluorescent Liquid Penetrant Examination Using the Hydrophilic Post-Emulsification Process⁵

E 1219 Test Method for Fluorescent Liquid Penetrant Examination Using the Solvent-Removable Process⁵

E 1220 Test Method for Visible Penetrant Examination Using the Solvent-Removable Process⁵

E 1316 Terminology for Nondestructive Examinations⁵

E 1418 Test Method for Visible Penetrant Examination Using the Water-Washable Process⁵

2.2 ASNT Document:

Recommended Practice SNT-TC-1A for Nondestructive Testing Personnel Qualification and Certification⁶

2.3 Military Standard:

MIL-STD-410 Nondestructive Testing Personnel Qualification and Certification⁷

³ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 05.01.

⁴ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 11.01.

⁵ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 03.03.

⁶ Available from the American Society for Nondestructive Testing, 1711 Arlington Lane, Columbus, OH 43228-0518.

⁷ Available from Standardization Documents Order Desk, Bldg. 4 Section D, 700 Robbins Ave., Philadelphia, PA 19111-5094, Attn: NPODS.

Standard Test Method for Liquid Penetrant Examination¹

This standard is issued under the fixed designation E 165; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last approval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method² covers procedures for penetrant examination of materials. They are nondestructive testing methods for detecting discontinuities that are open to the surface such as cracks, seams, laps, cold shuts, laminations, through leaks, or lack of fusion and are applicable to in-process, final, and maintenance examination. They can be effectively used in the examination of nonporous, metallic materials, both ferrous and nonferrous, and of nonmetallic materials such as glazed or fully densified ceramics, certain nonporous plastics, and glass.

1.2 This test method also provides a reference:

1.2.1 By which a liquid penetrant examination process recommended or required by individual organizations can be reviewed to ascertain its applicability and completeness.

1.2.2 For use in the preparation of process specifications dealing with the liquid penetrant examination of materials and parts. Agreement by the user and the supplier regarding specific techniques is strongly recommended.

1.2.3 For use in the organization of the facilities and personnel concerned with the liquid penetrant examination.

1.3 This test method does not indicate or suggest criteria for evaluation of the indications obtained. It should be pointed out, however, that after indications have been produced, they must be interpreted or classified and then evaluated. For this purpose there must be a separate code or specification or a specific agreement to define the type, size, location, and direction of indications considered acceptable, and those considered unacceptable.

1.4 The values stated in inch-pound units are to be regarded as the standard. SI units are provided for information only.

1.5 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.* For specific hazard statements, see Note 5, Note 12, and Note 20.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 129 Test Method for Sulfur in Petroleum Products (General Bomb Method)³

D 516 Test Method for Sulfate Ion in Water⁴

D 808 Test Method for Chlorine in New and Used Petroleum Products (Bomb Method)³

D 1193 Specification for Reagent Water⁴

D 1552 Test Method for Sulfur in Petroleum Products (High-Temperature Method)³

D 4327 Test Method for Anions in Water by Chemically Suppressed Ion Chromatography⁴

E 433 Reference Photographs for Liquid Penetrant Inspection⁵

E 543 Practice for Evaluating Agencies that Perform Nondestructive Testing⁵

E 1208 Test Method for Fluorescent Liquid Penetrant Examination Using the Lipophilic Post-Emulsification Process⁵

E 1209 Test Method for Fluorescent Liquid Penetrant Examination Using the Water-Washable Process⁵

E 1210 Test Method for Fluorescent Liquid Penetrant Examination Using the Hydrophilic Post-Emulsification Process⁵

E 1219 Test Method for Fluorescent Liquid Penetrant Examination Using the Solvent-Removable Process⁵

E 1220 Test Method for Visible Penetrant Examination Using the Solvent Removable Process⁵

E 1316 Terminology for Nondestructive Examinations⁵

E 1418 Test Method for Visible Penetrant Examination Using the Water Washable Process⁵

2.2 ASNT Document:

Recommended Practice SNT-TC-1A for Nondestructive Testing Personnel Qualification and Certification⁶

2.3 Military Standard:

MIL STD-410 Nondestructive Testing Personnel Qualification and Certification⁷

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee E7 on Nondestructive Testing and is the direct responsibility of Subcommittee E07.03 on Liquid Penetrant and Magnetic Particle Methods.

Current edition approved Jan. 15, 1995. Published March 1995. Originally published as E 165 – 60 T. Last previous edition E 165 – 94.

² For ASME Boiler and Pressure Vessel Code applications see related Recommended Test Method SE-165 in the Code.

³ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 05.01.

⁴ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 11.01.

⁵ *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 03.03.

⁶ Available from the American Society for Nondestructive Testing, 1711 Arlington Lane, Columbus, OH 43228-0518.

⁷ Available from Standardization Documents Order Desk, Bldg. 4 Section D, 700 Robbins Ave., Philadelphia, PA 19111-5094, Attn: NPODS.

 E 165

2.4 APHA Standard:
429 Method for the Examination of Water and Wastewater⁸

3. Terminology

3.1 The definitions relating to liquid penetrant examination, which appear in Terminology E 1316, shall apply to the terms used in this standard.

4. Summary of Test Method

4.1 A liquid penetrant which may be a visible or a fluorescent material is applied evenly over the surface being examined and allowed to enter open discontinuities. After a suitable dwell time, the excess surface penetrant is removed. A developer is applied to draw the entrapped penetrant out of the discontinuity and stain the developer. The test surface is then examined to determine the presence or absence of indications.

NOTE 1—The developer may be omitted by agreement between purchaser and supplier.

NOTE 2—**Caution:** Fluorescent penetrant examination shall not follow a visible penetrant examination unless the procedure has been qualified in accordance with 10.2, because visible dyes may cause deterioration or quenching of fluorescent dyes.

4.2 Processing parameters, such as surface precleaning, penetration time and excess penetrant removal methods, are determined by the specific materials used, the nature of the part under examination, (that is, size, shape, surface condition, alloy) and type of discontinuities expected.

5. Significance and Use

5.1 Liquid penetrant examination methods indicate the presence, location and, to a limited extent, the nature and magnitude of the detected discontinuities. Each of the various methods has been designed for specific uses such as critical service items, volume of parts, portability or localized areas of examination. The method selected will depend accordingly on the service requirements.

6. Classification of Penetrations and Methods

6.1 Liquid penetrant examination methods and types are classified as shown in Table 1.

6.2 *Fluorescent penetrant examination* utilizes penetrants that fluoresce brilliantly when excited by black light (see 8.9.1.2). The sensitivity of fluorescent penetrants depends on their ability to be retained in the various size discontinuities during processing, then to bleed out into the developer coating and produce indications that will fluoresce. Fluorescent indications are many times brighter than their surroundings when viewed under black light illumination.

6.3 *Visible penetrant examination* uses a penetrant that can be seen in visible light. The penetrant is usually red, so that the indications produce a definite contrast with the white background of the developer. The visible penetrant process does not require the use of black light. However, visible penetrant indications must be viewed under adequate white light (see 8.9.2.1).

⁸ Available from American Public Health Association, Publication Office, 1015 Fifteenth Street, NW, Washington, DC 20005.

TABLE 1 Classification of Penetrant Examination Types and Methods

Type I—Fluorescent Penetrant Examination
Method A—Water-washable (see Test Method E 1209)
Method B—Post-emulsifiable, lipophilic (see Test Method E 1208)
Method C—Solvent removable (see Test Method E 1219)
Method D—Post-emulsifiable, hydrophilic (see Test Method E 1210)
Type II—Visible Penetrant Examination
Method A—Water-washable (see Test Method E 1418)
Method C—Solvent removable (see Test Method E 1220)

7. Types of Materials

7.1 *Liquid penetrant examination materials* (see Notes 3-5) consist of fluorescent and visible penetrants, emulsifiers (oil-base and water-base; fast and slow acting), solvent removers and developers. A family of liquid penetrant examination materials consists of the applicable penetrant and emulsifier or remover, as recommended by the manufacturer. Intermixing of materials from various manufacturers is not recommended.

NOTE 3—Refer to 9.1 for special requirements for sulfur, halogen and alkali metal content.

NOTE 4—**Caution:** While approved penetrant materials will not adversely affect common metallic materials, some plastics or rubbers may be swollen or stained by certain penetrants.

NOTE 5—**Warning:** These materials may be flammable or emit hazardous and toxic vapors. Observe all manufacturer's instructions and precautionary statements.

7.2 Penetrants

7.2.1 *Post-Emulsifiable Penetrants* are designed to be insoluble in water and cannot be removed with water rinsing alone. They are designed to be selectively removed from the surface using a separate emulsifier. The emulsifier, properly applied and given a proper emulsification time, combines with the excess surface penetrant to form a water-washable mixture, which can be rinsed from the surface, leaving the surface free of fluorescent background. Proper emulsification time must be experimentally established and maintained to ensure that over-emulsification does not occur, resulting in loss of indications.

7.2.2 *Water-Washable Penetrants* are designed to be directly water-washable from the surface of the test part, after a suitable penetrant dwell time. Because the emulsifier is "built-in" to the water-washable penetrant, it is extremely important to exercise proper process control in removal of excess surface penetrant to ensure against overwashing. Water-washable penetrants can be washed out of discontinuities if the rinsing step is too long or too vigorous. Some penetrants are less resistant to overwashing than others.

7.2.3 *Solvent-Removable Penetrants* are designed so that excess surface penetrant can be removed by wiping until most of the penetrant has been removed. The remaining traces should be removed with the solvent remover (see 8.6.4.1). To minimize removal of penetrant from discontinuities, care should be taken to avoid the use of excess solvent. Flushing the surface with solvent to remove the excess penetrant is prohibited.

7.3 Emulsifiers

7.3.1 *Lipophilic Emulsifiers* are oil-miscible liquids used to emulsify the excess oily penetrant on the surface of the part,

E 165

rendering it water-washable. The rate of diffusion establishes the emulsification time. They are either slow- or fast-acting, depending on their viscosity and chemical composition, and also the surface roughness of the area being examined (see 8.6.2).

7.3.2 *Hydrophilic Emulsifiers* are water-miscible liquids used to emulsify the excess oily fluorescent penetrant on the surface of the part, rendering it water-washable (see 8.6.3). These water-base emulsifiers (detergent-type removers) are supplied as concentrates to be diluted with water and used as a dip or spray. The concentration, use and maintenance shall be in accordance with manufacturer's recommendations.

7.3.2.1 Hydrophilic emulsifiers function by displacing the excess penetrant film from the surface of the part through detergent action. The force of the water spray or air/mechanical agitation in an open dip tank provides the scrubbing action while the detergent displaces the film of penetrant from the part surface. The emulsification time will vary, depending on its concentration, which can be monitored by the use of a suitable refractometer.

7.4 *Solvent Removers* function by dissolving the penetrant, making it possible to wipe the surface clean and free of excess penetrant as described in .

7.5 *Developers*—Development of penetrant indications is the process of bringing the penetrant out of open discontinuities through blotting action of the applied developer, thus increasing the visibility of the indications.

7.5.1 *Dry Powder Developers* are used as supplied (that is, free-flowing, non-caking powder) in accordance with 8.8.2. Care should be taken not to contaminate the developer with fluorescent penetrant, as the penetrant specks can appear as indications.

7.5.2 *Aqueous Developers* are normally supplied as dry powder particles to be either suspended or dissolved (soluble) in water. The concentration, use and maintenance shall be in accordance with manufacturer's recommendations (see 8.8.3).

NOTE 6—Caution: Aqueous developers may cause stripping of indications if not properly applied and controlled. The procedure should be qualified in accordance with 10.2.

7.5.3 *Nonaqueous Wet Developers* are supplied as suspensions of developer particles in a nonaqueous solvent carrier ready for use as supplied. Nonaqueous, wet developers form a coating on the surface of the part when dried, which serves as the developing medium (see 8.8.4).

NOTE 7—Caution: This type of developer is intended for application by spray only.

7.5.4 *Liquid Film Developers* are solutions or colloidal suspensions of resins/polymer in a suitable carrier. These developers will form a transparent or translucent coating on the surface of the part. Certain types of film developer may be stripped from the part and retained for record purposes (see 8.8.5).

8. Procedure

8.1 The following general processing guidelines apply (see Figs. 1-3) to both fluorescent and visible penetrant examination methods (see Fig. 4).

8.2 *Temperature Limits*—The temperature of the penetrant

materials and the surface of the part to be processed should be between 50 and 100°F (10 and 38°C). Where it is not practical to comply with these temperature limitations, qualify the procedure as described in 10.2 at the temperature of intended use and as agreed to by the contracting parties.

8.3 *Surface Conditioning Prior to Penetrant Examination*—Satisfactory results usually may be obtained on surfaces in the as-welded, as-rolled, as-cast, or as-forged conditions (or for ceramics in the densified conditions). Sensitive penetrants are generally less easily rinsed away and are therefore less suitable for rough surfaces. When only loose surface residuals are present, these may be removed by wiping with clean lint-free cloths. However, precleaning of metals to remove processing residuals such as oil, graphite, scale, insulating materials, coatings, and so forth, should be done using cleaning solvents, vapor degreasing or chemical removing processes. Surface conditioning by grinding, machining, polishing or etching shall follow shot, sand, grit or vapor blasting to remove the peened skin and when penetrant entrapment in surface irregularities might mask the indications of unacceptable discontinuities or otherwise interfere with the effectiveness of the examination. For metals, unless otherwise specified, etching shall be performed when evidence exists that previous cleaning, surface treatments or service usage have produced a surface condition that degrades the effectiveness of penetrant examination. (See A1.1.1.8 for precautions.)

NOTE 8—When agreed between purchaser and supplier, grit blasting without subsequent etching may be an acceptable cleaning method.

NOTE 9—Caution: Sand or shot blasting may possibly close discontinuities and extreme care should be used with grinding and machining operations to avoid masking discontinuities.

NOTE 10—For structural or electronic ceramics, surface preparation by grinding, sand blasting and etching for penetrant examination is not recommended because of the potential for damage.

8.4 Removal of Surface Contaminants:

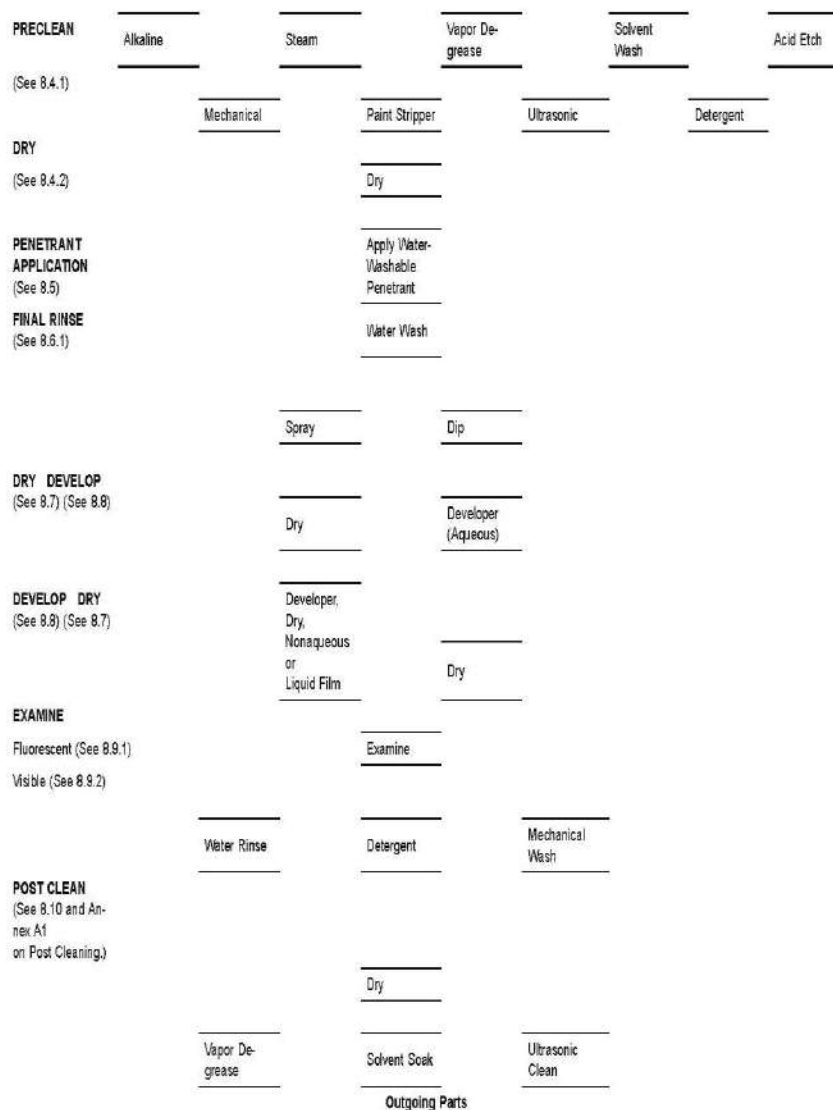
8.4.1 *Precleaning*—The success of any penetrant examination procedure is greatly dependent upon the surrounding surface and discontinuity being free of any contaminant (solid or liquid) that might interfere with the penetrant process. All parts or areas of parts to be examined must be clean and dry before the penetrant is applied. If only a section of a part, such as a weld, including the heat affected zone is to be examined, all contaminants shall be removed from the area being examined as defined by the contracting parties. "Clean" is intended to mean that the surface must be free of rust, scale, welding flux, weld spatter, grease, paint, oily films, dirt, and so forth, that might interfere with the penetrant process. All of these contaminants can prevent the penetrant from entering discontinuities (see Annex on Cleaning of Parts and Materials).

NOTE 11—Caution: Residues from cleaning processes such as strong alkalis, pickling solutions and chromates, in particular, may adversely react with the penetrant and reduce its sensitivity and performance.

8.4.2 *Drying after Cleaning*—It is essential that the surface of parts be thoroughly dry after cleaning, since any liquid residue will hinder the entrance of the penetrant. Drying may be accomplished by warming the parts in drying ovens, with infrared lamps, forced hot air, or exposure to ambient temperature.

 E 165

Incoming Parts



Outgoing Parts

FIG. 1 General Procedure Flowsheet for Penetrant Examination Using the Water-Washable Process (Test Method E 1209 for Fluorescent and Test Method E 1220 for Visible Light)

8.5 *Penetrant Application*—After the part has been cleaned, dried, and is within the specified temperature range, the penetrant is applied to the surface to be examined so that the entire part or area under examination is completely covered with penetrant.

8.5.1 *Modes of Application*—There are various modes of effective application of penetrant such as dipping, brushing, flooding, or spraying. Small parts are quite often placed in suitable baskets and dipped into a tank of penetrant. On larger parts, and those with complex geometries, penetrant can be applied effectively by brushing or spraying. Both conventional and electrostatic spray guns are effective means of applying liquid penetrants to the part surfaces. Electrostatic spray application can eliminate excess liquid build-up of penetrant on

the part, minimize overspray, and minimize the amount of penetrant entering hollow-cored passages which might serve as penetrant reservoirs, causing severe bleedout problems during examination. Aerosol sprays are conveniently portable and suitable for local application.

Note 12—Caution: Not all penetrant materials are suitable for electrostatic spray applications, so tests should be conducted prior to use.

Note 13—Warning: With spray applications, it is important that there be proper ventilation. This is generally accomplished through the use of a properly designed spray booth and exhaust system.

8.5.2 *Penetrant Dwell Time*—After application, allow excess penetrant to drain from the part (care should be taken to prevent pools of penetrant from forming on the part), while

E 165

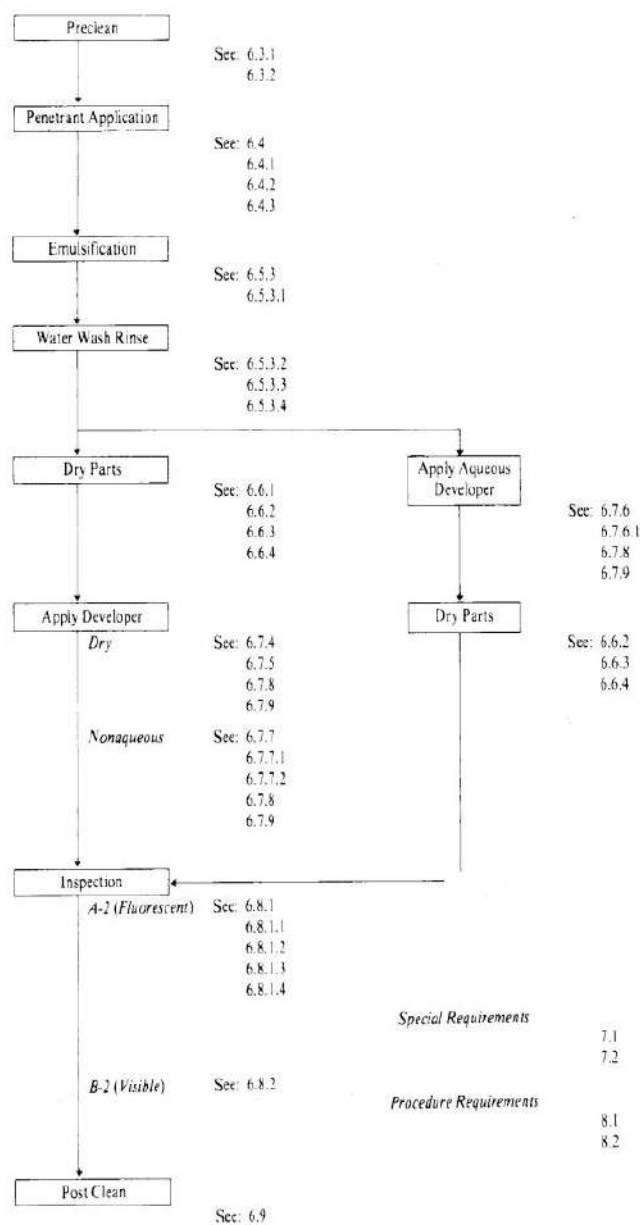


FIG. 2 Type 2—Post Emulsifiable Procedures A-2 (Fluorescent) and B-2 (Visible)

allowing for proper penetrant dwell time (see Table 2). The length of time the penetrant must remain on the part to allow proper penetration should be as recommended by the penetrant manufacturer. Table 2, however, provides a guide for selection of penetrant dwell times for a variety of materials, forms, and types of discontinuity. Unless otherwise specified, the dwell time shall not exceed the maximum recommended by the manufacturer.

NOTE 14—For some specific applications in structural ceramics (for example, detecting parting lines in slip-cast material), the required penetrant dwell time should be determined experimentally and may be longer than that shown in Table 1 and its notes.

8.6 Penetrant Removal

8.6.1 Water Washable:

8.6.1.1 *Removal of Excess Penetrant*—After the required penetration time, the excess penetrant on the surface being

examined must be removed with water, usually a washing operation. It can be washed off manually, by the use of automatic or semi-automatic water-spray equipment or by immersion. For immersion rinsing, parts are completely immersed in the water bath with air or mechanical agitation. Accumulation of water in pockets or recesses of the surface must be avoided. If the final rinse step is not effective, as evidenced by excessive residual surface penetrant after rinsing, dry (see 8.7) and reclean the part, then reapply the penetrant for the prescribed dwell time.

(a) The temperature of the water should be relatively constant and should be maintained within the range of 50 to 100°F (10 to 38°C).

(b) Spray-rinse water pressure should not be greater than 40 psi (280 kPa).

(c) Rinse time should not exceed 120 s unless otherwise

E 165

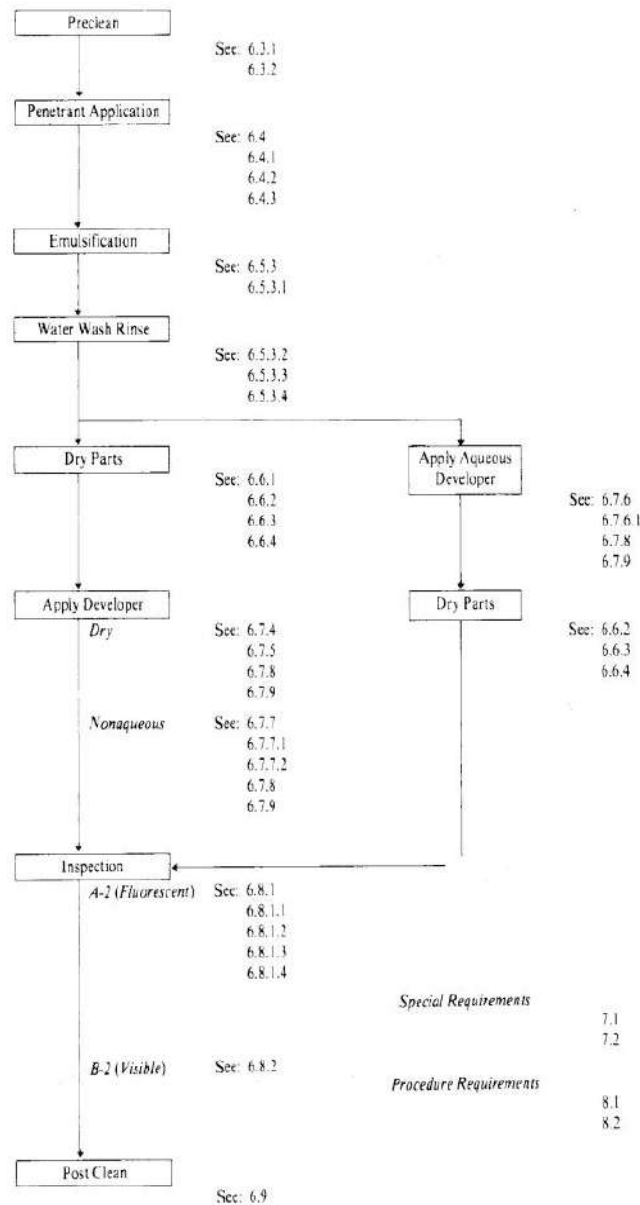


FIG. 2 Type 2—Post Emulsifiable Procedures A-2 (Fluorescent) and B-2 (Visible)

allowing for proper penetrant dwell time (see Table 2). The length of time the penetrant must remain on the part to allow proper penetration should be as recommended by the penetrant manufacturer. Table 2, however, provides a guide for selection of penetrant dwell times for a variety of materials, forms, and types of discontinuity. Unless otherwise specified, the dwell time shall not exceed the maximum recommended by the manufacturer.

NOTE 14—For some specific applications in structural ceramics (for example, detecting parting lines in slip-cast material), the required penetrant dwell time should be determined experimentally and may be longer than that shown in Table 1 and its notes.

8.6 Penetrant Removal
8.6.1 Water Washable:

8.6.1.1 Removal of Excess Penetrant—After the required penetration time, the excess penetrant on the surface being

examined must be removed with water, usually a washing operation. It can be washed off manually, by the use of automatic or semi-automatic water-spray equipment or by immersion. For immersion rinsing, parts are completely immersed in the water bath with air or mechanical agitation. Accumulation of water in pockets or recesses of the surface must be avoided. If the final rinse step is not effective, as evidenced by excessive residual surface penetrant after rinsing, dry (see 8.7) and reclean the part, then reapply the penetrant for the prescribed dwell time.

(a) The temperature of the water should be relatively constant and should be maintained within the range of 50 to 100°F (10 to 38°C).

(b) Spray-rinse water pressure should not be greater than 40 psi (280 kPa).

(c) Rinse time should not exceed 120 s unless otherwise

E 165

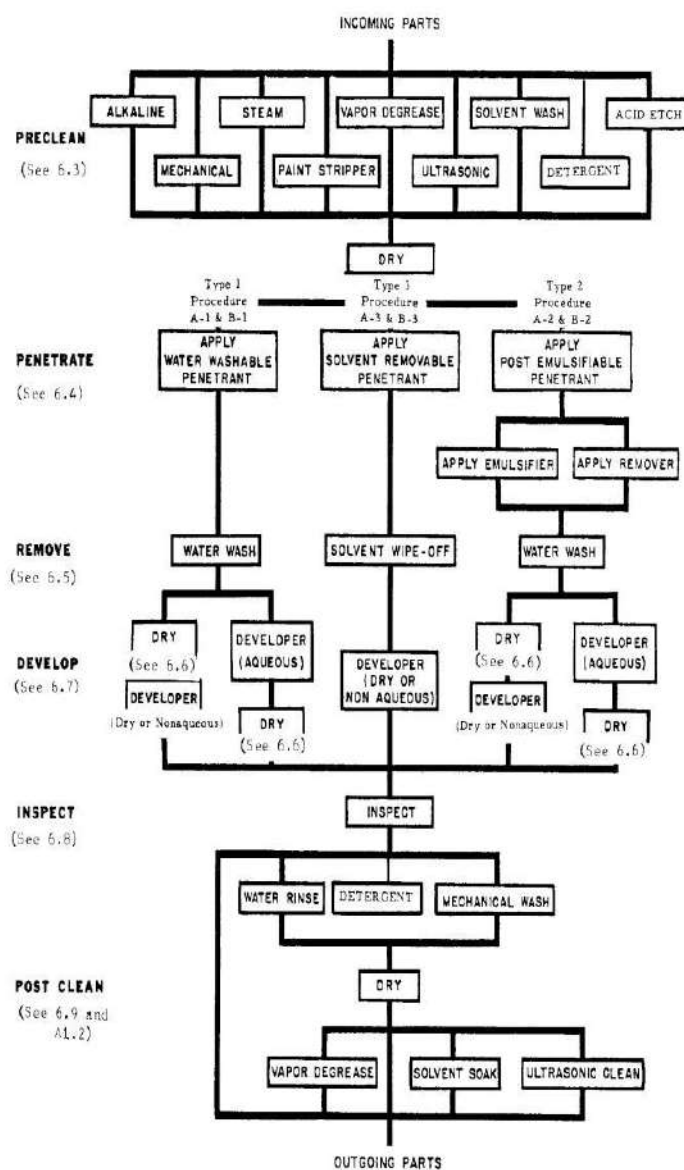


FIG. 4 Fluorescent and Visible Penetrant Inspection General Processing Procedures Flowsheet

the surface condition (smooth or rough). Nominal emulsification time should be as recommended by the manufacturer. The actual emulsification time must be determined experimentally for each specific application. The surface finish (roughness) of the part is a significant factor in the selection of and in the emulsification time of an emulsifier. Contact time should be kept to the least possible time consistent with an acceptable background and should not exceed the maximum time specified for the part or material.

8.6.2.3 *Post Rinsing*—Effective post rinsing of the emulsified penetrant from the surface can be accomplished using either manual, semi-automated, or automated water immersion or spray equipment or combinations thereof.

8.6.2.4 *Immersion*—For immersion post rinsing, parts are completely immersed in the water bath with air or mechanical agitation. The time and temperature should be kept constant.

(a) The maximum dip-rinse time should not exceed 120 s unless otherwise specified by part or material specification.

(b) The temperature of the water should be relatively constant and should be maintained within the range of 50 to 100°F (10 to 38°C). **Caution:** A touch-up rinse may be necessary after immersion.

8.6.2.5 *Spray Post Rinsing*—Effective post rinsing following emulsification can also be accomplished by either manual or automatic water spray rinsing of the parts as follows:

(a) Control rinse water temperature within the range of 50 to 100°F (10 to 38°C).

(b) Spray rinse water pressure should be in accordance with manufacturers' recommendations.

(c) The maximum spray rinse time should not exceed 120 s unless otherwise specified by part or materials specification.

8.6.2.6 *Rinse Effectiveness*—If the emulsification and final



TABLE 2 Recommended Minimum Dwell Times

Material	Form	Type of Discontinuity	Dwell Times ^A (minutes)	
			Penetrant ^B	Developer ^C
Aluminum, magnesium, steel, brass and bronze, titanium and high-temperature alloys	castings and welds	cold shuts, porosity, lack of fusion, cracks (all forms)	5	10
	wrought materials—extrusions, forgings, plate	laps, cracks (all forms)	10	10
Carbide-tipped tools		lack of fusion, porosity, cracks	5	10
Plastic	all forms	cracks	5	10
Glass	all forms	cracks	5	10
Ceramic	all forms	cracks, porosity	5	10

^A For temperature range from 50 to 100°F (10 to 38°C) for fluorescent penetrants and 50 to 125°F (10 to 62°C) for visible penetrant.

^B Maximum penetrant dwell time in accordance with 8.5.2.

^C Development time begins as soon as wet developer coating has dried on surface of parts (recommended minimum). Maximum development time in accordance with 8.6.6.

rinse step is not effective, as evidenced by excessive residual surface penetrant after emulsification and rinsing, dry (see 8.7) and reclean the part and reapply the penetrant for the prescribed dwell time.

8.6.3 Hydrophilic Emulsification

8.6.3.1 *Prerinsing*—Directly after the required penetration time, it is recommended that the parts be prerinsed with water prior to emulsification (8.6.3.3). This step allows for the removal of excess surface penetrant from the parts prior to emulsification so as to minimize the degree of penetrant contamination in the hydrophilic emulsifier bath, thereby extending its life. In addition, prerinsing of penetrated parts minimizes possible oily penetrant pollution in the final rinse step of this process. This is accomplished by collecting the prerinsings in a holding tank, separating the penetrant from water.

8.6.3.2 *Prerinsing Controls*—Effective prerinsing is accomplished by either manual or automated water spray rinsing of the parts as follows:

(a) Water should be free of contaminants that could clog spray nozzles or leave a residue on parts.

(b) Control water temperature within the range of 50 to 100°F (10 to 38°C).

(c) Spray rinse at a water pressure of 25 to 40 psi (175 to 275 kPa).

(d) Prerinsing time should be the least possible time (nominally 60 s maximum) to provide a consistent residue of penetrant on parts. Wash time is to be as specified by the part or material specification.

(e) Remove water trapped in cavities using filtered shop air at a nominal pressure of 25 psi (175 kPa) or a suction device to remove water from pooled areas.

8.6.3.3 *Application of Emulsifier*—After the required penetration time and following the prerinsing, the residual surface penetrant on part(s) must be emulsified by immersing the part(s) in a hydrophilic emulsifier bath (8.6.3.4) or by spraying the part(s) with the emulsifier (8.6.3.5) thereby rendering the remaining residual surface penetrant water-washable in the final rinse station (8.6.3.6).

8.6.3.4 *Immersion*—For immersion application, parts are completely immersed in the emulsifier bath. The hydrophilic emulsifier should be gently agitated throughout the contact cycle.

(a) Bath concentration should be as recommended by the manufacturer. Most hydrophilic emulsifiers are used within the range of 20 to 33% in water. Nominal use concentration for immersion applications is 20%.

(b) Bath temperatures should be maintained between 50 and 100°F (10 to 38°C).

(c) Immersion contact time should be kept to the minimum time consistent with an acceptable background and should not exceed 120 s or the maximum time stipulated by the part or material specification.

(d) Emulsifier drain time begins immediately after parts have been withdrawn from the emulsifier tank and continues until the parts are washed in the final rinse station (8.6.3.6). This drain time should be kept to a minimum to avoid over emulsification and should not exceed 90 s.

8.6.3.5 *Spray Application*—For spray application following the prerinsing step, parts are emulsified by the spray application of an emulsifier. All part surfaces should be evenly and uniformly sprayed to effectively emulsify the residual penetrant on part surfaces to render it water-washable.

(a) The concentration of the emulsifier for spray application should be in accordance with the manufacturer's recommendations, but should not exceed 5%.

(b) Temperature to be maintained at 50 to 100°F (10 to 38°C).

(c) The spray pressure should be 25 psi (175 kPa) max for air and 40 psi (280 kPa) max for water.

(d) Contact time should be kept to the minimum consistent with an acceptable background and should not exceed 120 s or the maximum time stipulated by the part or material specification.

8.6.3.6 *Post-Rinsing of Hydrophilic Emulsified Parts*—Effective post-rinsing of emulsified penetrant from the surface can be accomplished using either manual, semi-automated, or automated water immersion or spray equipment or combinations thereof.

8.6.3.7 *Immersion Post-Rinsing*—Parts are to be completely immersed in the water bath with air or mechanical agitation.

(a) The temperature of the water should be relatively constant and should be maintained within the range of 50 to 100°F (10 to 38°C).

(b) The maximum dip rinse time should not exceed 120 s unless otherwise specified by part or material specification.

E 165

Caution: A touch-up rinse may be necessary after immersion.

8.6.3.8 *Spray Post-Rinsing*—Following emulsification parts can be post-rinsed by water spray rinsing as follows:

(a) Control rinse water temperature within the range of 50 to 100°F (10 to 38°C).

(b) Spray rinse water pressure should be in accordance with manufacturer's instructions.

(c) The maximum spray rinse time should not exceed 120 s unless otherwise specified by part or materials specification.

8.6.3.9 If the emulsification and final rinse steps are not effective, as evidenced by excessive residual surface penetrant after emulsification and rinsing, dry (see 8.7) and reclean the part and reapply the penetrant for the prescribed dwell time.

8.6.4 *Solvent-Removable Penetrants*

8.6.4.1 *Removal of Excess Penetrant*—After the required penetration time, the excess penetrant is removed insofar as possible, by using wipers of a dry, clean, lint-free material and repeating the operation until most traces of penetrant have been removed. Then using a lint-free material lightly moistened with solvent remover the remaining traces are gently wiped to avoid removing penetrant from discontinuities. Avoid the use of excess solvent. If the wiping step is not effective, as evidenced by difficulty in removing the excess penetrant, dry the part (see 8.7), and reapply the penetrant for the prescribed dwell time. Flushing the surface with solvent following the application of the penetrant and prior to developing is prohibited.

8.7 *Drying*—Drying the surface of the part(s) is necessary prior to applying dry or nonaqueous developers or following the application of the aqueous developer. Drying time will vary with the size, nature, and number of parts under examination.

8.7.1 *Drying Modes*—Parts can be dried by using a hot-air recirculating oven, a hot or cold air blast, or by exposure to ambient temperature, particularly when the excess surface penetrant was removed with a solvent. Drying is best done in a thermostatically controlled recirculating hot-air dryer. Local heating or cooling is permitted provided the temperature of the part remains in the range of 50 to 100°F (10 to 38°C) for fluorescent methods and in the range of 50 to 125°F (10 to 52°C) for visible methods unless otherwise agreed by the contracting parties.

NOTE 16—Caution: Drying oven temperature should not exceed 180°F (71°C).

8.7.2 *Drying Time Limits*—Do not allow parts to remain in the drying oven any longer than is necessary to dry the surface. Times over 30 min in the dryer may impair the sensitivity of the examination.

8.8 *Developer Application*

8.8.1 *Modes of Application*—There are various modes of effective application of the various types of developers such as dusting, immersing, flooding or spraying. The size, configuration, surface condition, number of parts to be processed, and so forth, will influence the choice of developer application.

8.8.2 *Dry Powder Developer*—Dry powder developers should be applied immediately after drying in such a manner as to ensure complete part coverage. Parts can be immersed in a container of dry developer or in a fluid bed of dry developer. They can also be dusted with the powder developer through a hand powder bulb or a conventional or electrostatic powder

gun. It is common and effective to apply dry powder in an enclosed dust chamber, which creates an effective and controlled dust cloud. Other means suited to the size and geometry of the specimen may be used, provided the powder is dusted evenly over the entire surface being examined. Excess powder may be removed by shaking or tapping the part, or by blowing with low-pressure (5 to 10 psf) (34 to 70 kPa) dry, clean, compressed air.

NOTE 17—Caution: The air stream intensity should be established experimentally for each application.

8.8.3 *Aqueous Developers*—Aqueous developers should be applied to the part immediately after the excess penetrant has been removed and prior to drying. Aqueous developers should be prepared and maintained in accordance with the manufacturer's instructions and applied in such a manner as to ensure complete, even, part coverage. Caution should be exercised when using an aqueous developer with water-washable penetrants to avoid possible stripping of indications. Aqueous developers may be applied by spraying (see Note 17), flowing, or immersing the part. It is common to immerse the parts in a prepared developer bath. Immerse parts only long enough to coat all of the part surfaces with the developer (see Note 18). Then remove parts from the developer bath and allow to drain. Drain all excess developer from recesses and trapped sections to eliminate pooling of developer, which can obscure discontinuities. Dry the parts in accordance with 8.7. The dried developer coating appears as a translucent or white coating on the part.

NOTE 18—Caution: Atomized spraying is not recommended since a spotty film may result.

NOTE 19—Caution: If parts are left in the bath too long, indications may leach out.

8.8.4 *Nonaqueous Wet Developers*—After the excess penetrant has been removed and the surface has been dried, apply developer by spraying in such a manner as to ensure complete part coverage with a thin, even film of developer. These types of developer carrier evaporate very rapidly at normal room temperature and do not, therefore, require the use of a dryer (see Note 20). Dipping or flooding parts with nonaqueous developers is prohibited, since they may flush or dissolve the penetrant from within the discontinuities because of the solvent action of these types of developers.

NOTE 20—Warning: The vapors from the evaporating, volatile solvent developer carrier may be hazardous. Proper ventilation should be provided in all cases, but especially when the surface to be examined is inside a closed volume, such as a process drum or a small storage tank.

8.8.5 *Liquid Film Developers*—Apply by spraying as recommended by the manufacturer. Spray parts in such a manner as to ensure complete part coverage of the area being examined with a thin, even film of developer.

8.8.6 *Developing Time*—The length of time the developer is to remain on the part prior to examination should be not less than 10 min. Developing time begins immediately after the application of dry powder developer and as soon as the wet (aqueous and nonaqueous) developer coating is dry (that is, the solvent carrier has evaporated to dryness). The maximum permitted developing times are 2 h for aqueous developers and 1 h for nonaqueous developers.

 E 165

8.9 *Examination*—Perform examination of parts after the applicable development time as specified in 8.8.6 to allow for bleedout of penetrant from discontinuities into the developer coating. It is good practice to observe the bleedout while applying the developer as an aid in interpreting and evaluating indications.

8.9.1 *Fluorescent Light Examination*

8.9.1.1 *Visible Ambient Light Level*—Examine fluorescent penetrant indications under black light in a darkened area. Visible ambient light should not exceed 2 ft candles (20 Lx). The measurement should be made with a suitable photographic-type visible light meter on the surface being examined.

8.9.1.2 *Black Light Level Control*—Black light intensity, minimum of 1000 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$, should be measured on the surface being examined, with a suitable black light meter. The black light wavelength shall be in the range of 320 to 380 nm. The intensity should be checked weekly to ensure the required output. Reflectors and filters should be checked daily for cleanliness and integrity. Cracked or broken ultraviolet (UV) filters should be replaced immediately. Defective bulbs, which radiate UV energy, must be replaced before further use. Since a drop in line voltage can cause decreased black light output with consequent inconsistent performance, a constant-voltage transformer should be used when there is evidence of voltage fluctuation.

Caution: Certain high-intensity black light may emit unacceptable amounts of visible light, which will cause fluorescent indications to disappear. Care should be taken to use only bulbs certified by the supplier to be suitable for such examination purposes.

NOTE 21—The recommended minimum light intensity in 8.9.1.2 is intended for general usage. For critical examinations, higher intensity levels may be required.

8.9.1.3 *Black Light Warm-Up*—Allow the black light to warm up for a minimum of 10 min prior to its use or measurement of the intensity of the ultraviolet light emitted.

8.9.1.4 *Visual Adaptation*—The examiner should be in the darkened area for at least 1 min before examining parts. Longer times may be necessary under some circumstances.

NOTE 22—**Caution:** Photochromic lenses shall not be worn during examination.

8.9.2 *Visible Light Examination*

8.9.2.1 *Visible Light Level*—Visible penetrant indications can be examined in either natural or artificial light. Adequate illumination is required to ensure no loss in the sensitivity of the examination. A minimum light intensity at the examination site of 100 fc (1000 Lx) is recommended.

8.9.3 *Housekeeping*—Keep the examination area free of interfering debris, including fluorescent objects. Practice good housekeeping at all times.

8.9.4 *Evaluation*—Unless otherwise agreed, it is normal practice to interpret and evaluate the discontinuity based on the size of the indication (see Reference Photographs E 433).

8.10 *Post Cleaning*—Post cleaning is necessary in those cases where residual penetrant or developer could interfere with subsequent processing or with service requirements. It is particularly important where residual penetrant examination

materials might combine with other factors in service to produce corrosion. A suitable technique, such as a simple water rinse, waterspray, machine wash, vapor degreasing, solvent soak, or ultrasonic cleaning may be employed (see Annex on Post Cleaning). It is recommended that if developer removal is necessary, it should be carried out as promptly as possible after examination so that it does not “fix” on the part.

NOTE 23—**Caution:** Developers should be removed prior to vapor degreasing. Vapor degreasing can bake the developer on parts.

9. Special Requirements

9.1 *Impurities*

9.1.1 When using penetrant materials on austenitic stainless steels, titanium, nickel-base or other high-temperature alloys, the need to restrict impurities such as sulfur, halogens and alkali metals must be considered. These impurities may cause embrittlement or corrosion, particularly at elevated temperatures. Any such evaluation should also include consideration of the form in which the impurities are present. Some penetrant materials contain significant amounts of these impurities in the form of volatile organic solvents. These normally evaporate quickly and usually do not cause problems. Other materials may contain impurities which are not volatile and may react with the part, particularly in the presence of moisture or elevated temperatures.

9.1.2 Because volatile solvents leave the surface quickly without reaction under normal examination procedures, penetrant materials are normally subjected to an evaporation procedure to remove the solvents before the materials are analyzed for impurities. The residue from this procedure is then analyzed in accordance with Test Method D 129, Test Method D 1552, or Test Method D 129 decomposition followed by Test Method D 516, Method B (Turbidimetric Method) for sulfur. The residue may also be analyzed by Test Method D 808 or Annex A2 on Methods for Measuring Total Chlorine Content in Combustible Liquid Penetrant Materials (for halogens other than fluorine) and Annex A3 on Method for Measuring Total Fluorine Content in Combustible Liquid Penetration Materials (for fluorine). An alternative procedure, Annex A4 on Determination of Anions by Ion Chromatography, provides a single instrumental technique for rapid sequential measurement of common anions such as chloride, fluoride, and sulfate. Alkali metals in the residue are determined by flame photometry or atomic absorption spectrophotometry.

NOTE 24—Some current standards indicate that impurity levels of sulfur and halogens exceeding 1% of any one suspect element may be considered excessive. However, this high a level may be unacceptable for some applications, so the actual maximum acceptable impurity level must be decided between supplier and user on a case by case basis.

9.2 *Evaluated-Temperature Examination*—Where penetrant examination is performed on parts that must be maintained at elevated temperature during examination, special materials and processing techniques may be required. Such examination requires qualification in accordance with 10.2. Manufacturer's recommendations should be observed.

10. Qualification and Requalification

10.1 *Personnel Qualification*—When required by user/supplier agreement, all examination personnel shall be

E 165

qualified/certified in accordance with a written procedure conforming to the applicable edition of recommended Practice SNT-TC-1A or MIL-STD-410.

10.2 Procedure Qualification—Qualification of procedures using times or conditions differing from those specified or for new materials may be performed by any of several methods and should be agreed by the contracting parties. A test piece containing one or more discontinuities of the smallest relevant size is used. The test piece may contain real or simulated discontinuities, providing it displays the characteristics of the discontinuities encountered in product examination.

10.3 Nondestructive Testing Agency Qualification—If a nondestructive testing agency as described in Practice E 543 is

used to perform the examination, the agency shall meet the requirements of Practice E 543.

10.4 Requalification may be required when a change or substitution is made in the type of penetrant materials or in the procedure (see 10.2).

11. Keywords

11.1 fluorescent liquid penetrant testing; hydrophilic emulsification; lipophilic emulsification; liquid penetrant testing; nondestructive testing; solvent removable; visible liquid penetrant testing; water-washable methods

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. CLEANING OF PARTS AND MATERIALS

A1.1 Choice of Cleaning Method

A1.1.1 The choice of a suitable cleaning method is based on such factors as: (1) type of contaminant to be removed since no one method removes all contaminants equally well; (2) effect of the cleaning method on the parts; (3) practicality of the cleaning method for the part (for example, a large part cannot be put into a small degreaser or ultrasonic cleaner); and (4) specific cleaning requirements of the purchaser. The following cleaning methods are recommended:

A1.1.1.1 **Detergent Cleaning**—Detergent cleaners are non-flammable water-soluble compounds containing specially selected surfactants for wetting, penetrating, emulsifying, and saponifying various types of soils, such as grease and oily films, cutting and machining fluids, and unpigmented drawing compounds, etc. Detergent cleaners may be alkaline, neutral, or acidic in nature, but must be noncorrosive to the item being inspected. The cleaning properties of detergent solutions facilitate complete removal of soils and contamination from the surface and void areas, thus preparing them to absorb the penetrant. Cleaning time should average 10 to 15 min at 170 to 200°F (77 to 93°C) with moderate agitation, using concentrations (generally 6 to 8 oz/gal or 45 to 60 kg/m³) recommended by the manufacturer of the cleaning compound.

A1.1.1.2 **Solvent Cleaning**—There are a variety of solvent cleaners that can be effectively utilized to dissolve such soils as grease and oily films, waxes and sealants, paints, and in general, organic matter. These solvents should be residue-free, especially when used as a hand-wipe solvent or as a dip-tank degreasing solvent. Solvent cleaners are not recommended for the removal of rust and scale, welding flux and spatter, and in general, inorganic soils. **Caution:** Some cleaning solvents are flammable and can be toxic. Observe all manufacturers' instructions and precautionary notes.

A1.1.1.3 **Vapor Degreasing**—Vapor degreasing is a preferred method of removing oil or grease-type soils from the surface of parts and from open discontinuities. It will not remove inorganic-type soils (dirt, corrosion, salts, etc.), and

may not remove resinous soils (plastic coatings, varnish, paint, etc.). Because of the short contact time, degreasing may not completely clean out deep discontinuities and a subsequent solvent soak is recommended.

A1.1.1.4 Alkaline Cleaning:

(a) Alkaline cleaners are nonflammable water solutions containing specially selected detergents for wetting, penetrating, emulsifying, and saponifying various types of soils. Hot alkaline solutions are also used for rust removal and descaling to remove oxide scale which can mask surface discontinuities. Alkaline cleaner compounds must be used in accordance with the manufacturers' recommendations. **Caution:** Parts cleaned by the alkaline cleaning process must be rinsed completely free of cleaner and thoroughly dried by heat prior to the penetrant inspection process (part temperature at the time of penetrant application shall not exceed 125°F (52°C)).

(b) Steam cleaning is a modification of the hot-tank alkaline cleaning method, which can be used for preparation of large, unwieldy parts. It will remove inorganic soils and many organic soils from the surface of parts, but may not reach to the bottom of deep discontinuities, and a subsequent solvent soak is recommended.

A1.1.1.5 **Ultrasonic Cleaning**—This method adds ultrasonic agitation to solvent or detergent cleaning to improve cleaning efficiency and decrease cleaning time. It should be used with water and detergent if the soil to be removed is inorganic (rust, dirt, salts, corrosion products, etc.), and with organic solvent if the soil to be removed is organic (grease and oily films, etc.). After ultrasonic cleaning, parts should be heated to remove the cleaning fluid, then cooled to at least 125°F (52°C), before application of penetrant.

A1.1.1.6 **Paint Removal**—Paint films can be effectively removed by bond release solvent paint remover or disintegrating-type hot-tank alkaline paint strippers. In most cases, the paint film must be completely removed to expose the surface of the metal. Solvent-type paint removers can be of the high-viscosity thickened type for spray or brush application or

E 165

height, and 5-mL capacity.

NOTE A2.1—Fused silica crucibles are much more economical and longer-lasting than platinum. After each use, they should be scrubbed out with fine, wet emery cloth, heated to dull red heat over a burner, soaked in hot water for 1 h, then dried and stored in a desiccator before reuse.

A2.3.3 Firing Wire, platinum, approximately No. 26 B & S gage.

A2.3.4 Ignition Circuit (Note A2.2), capable of supplying sufficient current to ignite the nylon thread or cotton wicking without melting the wire.

NOTE A2.2—**Caution:** The switch in the ignition circuit shall be of a type that remains open, except when held in closed position by the operator.

A2.3.5 Nylon Sewing Thread, or Cotton Wicking, white.

A2.4 Purity of Reagents

A2.4.1 Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, where such specifications are available.⁹ Other grades may be used provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

A2.4.2 Unless otherwise indicated, references to water shall be understood to mean referee grade reagent water conforming to Specification D 1193.

A2.5 Decomposition

A2.5.1 Reagents and Materials:

A2.5.1.1 Oxygen, free of combustible material and halogen compounds, available at a pressure of 40 atm (4.05 MPa).

A2.5.1.2 Sodium Carbonate Solution (50 g Na₂CO₃/L)—Dissolve 50 g of anhydrous Na₂CO₃ or 58.5 g of Na₂CO₃ · 2H₂O or 135 g of Na₂CO₃ · 10H₂O in water and dilute to 1 L.

A2.5.1.3 White Oil, refined.

A2.5.2 Procedure:

A2.5.2.1 Preparation of Bomb and Sample—Cut a piece of firing wire approximately 100 mm in length. Coil the middle section (about 20 mm) and attach the free ends to the terminals. Arrange the coil so that it will be above and to one side of the sample cup. Place 5 mL of Na₂CO₃ solution in the bomb (Note A2.3), place the cover on the bomb and vigorously shake for 15 s to distribute the solution over the inside of the bomb. Open the bomb, place the sample-filled sample cup in the terminal holder, and insert a short length of thread between the firing wire and the sample. Use of a sample weight containing over 20 mg of chlorine may cause corrosion of the bomb. The sample weight should not exceed 0.4 g if the expected chlorine content is 2.5 % or above. If the sample is solid, not more than 0.2 g should be used. Use 0.8 g of white oil with solid samples.

⁹ *Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications*, American Chemical Society, Washington, DC. For suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see *Analyst Standards for Laboratory Chemicals* BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopeia and National Formulary*, U.S. Pharmaceutical Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

If white oil will be used (Note A2.4), add it to the sample cup by means of a dropper at this time (**Caution**, see Note A2.5 and Note A2.6).

NOTE A2.3—After repeated use of the bomb for chlorine determination, a film may be noticed on the inner surface. This dullness should be removed by periodic polishing of the bomb. A satisfactory method for doing this is to rotate the bomb in a lathe at about 300 rpm and polish the inside surface with Grit No. 2/0 or equivalent paper coated with a light machine oil to prevent cutting, and then with a paste of grit-free chromic oxide and water. This procedure will remove all but very deep pits and put a high polish on the surface. Before using the bomb, it should be washed with soap and water to remove oil or paste left from the polishing operation. Bombs with porous or pitted surfaces should never be used because of the tendency to retain chlorine from sample to sample. **Caution:** Do not use more than 1 g total of sample and white oil or other chlorine-free combustible material.

NOTE A2.4—If the sample is not readily miscible with white oil, some other nonvolatile, chlorine-free combustible diluent may be employed in place of white oil. However, the combined weight of sample and nonvolatile diluent shall not exceed 1 g. Some solid additives are relatively insoluble, but may be satisfactorily burned when covered with a layer of white oil.

NOTE A2.5—The practice of running alternately samples high and low in chlorine content should be avoided whenever possible. It is difficult to rinse the last traces of chlorine from the walls of the bomb and the tendency for residual chlorine to carry over from sample to sample has been observed in a number of laboratories. When a sample high in chlorine has preceded one low in chlorine content, the test on the low-chlorine sample should be repeated and one or both of the low values thus obtained should be considered suspect if they do not agree within the limits of repeatability of this method.

A2.5.2.2 Addition of Oxygen—Place the sample cup in position and arrange the nylon thread, or wisp of cotton so that the end dips into the sample. Assemble the bomb and tighten the cover securely. Admit oxygen (**Caution**, Note A2.6) slowly (to avoid blowing the sample from the cup) until a pressure is reached as indicated in Table A2.1.

NOTE A2.6—**Caution:** Do not add oxygen or ignite the sample if the bomb has been jarred, dropped, or tilted.

A2.5.2.3 Combustion—Immerse the bomb in a cold-water bath. Connect the terminals to the open electrical circuit. Close the circuit to ignite the sample. Remove the bomb from the bath after immersion for at least ten minutes. Release the pressure at a slow, uniform rate such that the operation requires not less than 1 min. Open the bomb and examine the contents. If traces of unburned oil or sooty deposits are found, discard the determination, and thoroughly clean the bomb before again putting it in use (Note A2.3).

A2.6 Analysis, Method A, Potentiometric Titration Procedure

A2.6.1 Apparatus:

TABLE A2.1 Gage Pressures

Capacity of Bomb, mL	Gage Pressure, atm (MPa)	
	min ^a	max
300 to 350	38 (3.85)	40 (4.05)
350 to 400	35 (3.55)	37 (3.75)
400 to 450	30 (3.04)	32 (3.24)
450 to 500	27 (2.74)	29 (2.94)

^a The minimum pressures are specified to provide sufficient oxygen for complete combustion and the maximum pressures present a safety requirement.

E 165

A2.6.1.1 *Silver Billet Electrode.*

A2.6.1.2 *Glass Electrode,* pH measurement type.

A2.6.1.3 *Buret,* 25-mL capacity, 0.05-mL graduations.

A2.6.1.4 *Millivolt Meter,* or expanded scale pH meter capable of measuring 0 to 220 mV.

NOTE A2.7—An automatic titrator is highly recommended in place of items A2.6.1.3 and A2.6.1.4. Repeatability and sensitivity of the method are much enhanced by the automatic equipment while much tedious effort is avoided.

A2.6.2 *Reagents and Materials:*

A2.6.2.1 *Acetone,* chlorine-free.

A2.6.2.2 *Methanol,* chlorine-free.

A2.6.2.3 *Silver Nitrate Solution (0.0282 N)*—Dissolve 4.7910 ± 0.0005 g of silver nitrate (AgNO₃) in water and dilute to 1 L.

A2.6.2.4 *Sodium Chloride Solution (0.0282 N)*—Dry a few grams of sodium chloride (NaCl) for 2 h at 130 to 150°C, weigh out 1.6480 ± 0.0005 g of the dried NaCl, dissolve in water, and dilute to 1 L.

A2.6.2.5 *Sulfuric Acid (1 + 2)*—Mix 1 volume of concentrated sulfuric acid (H₂SO₄, sp. gr 1.84) with 2 volumes of water.

A2.6.3 *Collection of Chlorine Solution*—Remove the sample cup with clean forceps and place in a 400-mL beaker. Wash down the walls of the bomb shell with a fine stream of methanol from a wash bottle, and pour the washings into the beaker. Rinse any residue into the beaker. Next, rinse the bomb cover and terminals into the beaker. Finally, rinse both inside and outside of the sample crucible into the beaker. Washings should equal but not exceed 100 mL. Add methanol to make 100 mL.

A2.6.4 *Determination of Chlorine*—Add 5 mL of H₂SO₄ (1:2) to acidify the solution (solution should be acid to litmus and clear of white Na₂CO₃ precipitate). Add 100 mL of acetone. Place the electrodes in the solution, start the stirrer (if mechanical stirrer is to be used), and begin titration. If titration is manual, set the pH meter on the expanded millivolt scale and note the reading. Add exactly 0.1 mL of AgNO₃ solution from the buret. Allow a few seconds stirring; then record the new millivolt reading. Subtract the second reading from the first. Continue the titration, noting each amount of AgNO₃ solution and the amount of difference between the present reading and the last reading. Continue adding 0.1-mL increments, making readings and determining differences between readings until a maximum difference between readings is obtained. The total amount of AgNO₃ solution required to produce this maximum differential is the end point. Automatic titrators continuously stir the sample, add titrant, measure the potential difference, calculate the differential, and plot the differential on a chart. The maximum differential is taken as the end point.

NOTE A2.8—For maximum sensitivity, 0.0282 N AgNO₃ solution may be used with the automatic titrator. This dilute reagent should not be used with large samples or where chlorine content may be over 0.1 % since these tests will cause end points of 10 mL or higher. The large amount of water used in such titrations reduces the differential between readings, making the end point very difficult to detect. For chlorine contents over 1 % in samples of 0.8 g or larger, 0.282 N AgNO₃ solution will be required to avoid exceeding the 10-mL water dilution limit.

A2.6.5 *Blank*—Make blank determinations with the amount

of white oil used but omitting the sample. (Liquid samples normally require only 0.15 to 0.25 g of white oil while solids require 0.7 to 0.8 g.) Follow normal procedure, making two or three test runs to be sure the results are within the limits of repeatability for the test. Repeat this blank procedure whenever new batches of reagents or white oil are used. The purpose of the blank run is to measure the chlorine in the white oil, the reagents, and that introduced by contamination.

A2.6.6 *Standardization*—Silver nitrate solutions are not permanently stable, so the true activity should be checked when the solution is first made up and then periodically during the life of the solution. This is done by titration of a known NaCl solution as follows: Prepare a mixture of the amounts of the chemicals (Na₂CO₃ solution, H₂SO₄ solution, acetone, and methanol) specified for the test. Pipet in 5.0 mL of 0.0282-N NaCl solution and titrate to the end point. Prepare and titrate a similar mixture of all the chemicals except the NaCl solution, thus obtaining a reagent blank reading. Calculate the normality of the AgNO₃ solution as follows:

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

where:

N_{AgNO_3} = normality of the AgNO₃ solution,
 N_{NaCl} = normality of the NaCl solution,
 V_A = millilitres of AgNO₃ solution used for the titration including the NaCl solution, and
 V_B = millilitres of AgNO₃ solution used for the titration of the reagents only.

A2.6.7 *Calculation*—Calculate the chlorine content of the sample as follows:

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

where:

V_S = millilitres of AgNO₃ solution used by the sample,
 V_B = millilitres of AgNO₃ solution used by the blank,
 N = normality of the AgNO₃ solution, and
 W = grams of sample used.

A2.6.8 *Precision and Accuracy.*

A2.6.8.1 The following criteria should be used for judging the acceptability of results:

A2.6.8.1.1 *Repeatability*—Results by the same analyst should not be considered suspect unless they differ by more than 0.006 % or 10.5 % of the value determined, whichever is higher.

A2.6.8.1.2 *Reproducibility*—Results by different laboratories should not be considered suspect unless they differ by more than 0.013 % or 21.3 % of the value detected, whichever is higher.

A2.6.8.1.3 *Accuracy*—The average recovery of the method is 86 % to 89 % of the actual amount present.

A2.7 Analysis, Method B, Coulometric Titration

A2.7.1 *Apparatus:*

A2.7.1.1 *Coulometric Chloride Titrator.*

A2.7.1.2 *Beakers,* two, 100-mL, or glazed crucibles (preferably with 1½ in.-outside diameter bottom).

A2.7.1.3 *Refrigerator.*

E 165

A2.7.2 Reagents:

A2.7.2.1 Acetic Acid, Glacial.

A2.7.2.2 Dry Gelatin Mixture.¹⁰

A2.7.2.3 Nitric Acid.

A2.7.2.4 Sodium Chloride Solution—100 meq Cl/l. Dry a quantity of NaCl for 2 h at 130 to 150°C. Weigh out 5.8440 ± 0.0005 g of dried NaCl in a closed container, dissolve in water, and dilute to 1 L.

A2.7.3 Reagent Preparation:

NOTE A2.9—The normal reagent preparation process has been slightly changed, due to the interference from the 50 mL of water required to wash the bomb. This modified process eliminates the interference and does not alter the quality of the titration.

A2.7.3.1 Gelatin Solution—A typical preparation is: Add approximately 1 L of hot distilled or deionized water to the 6.2 g of dry gelatin mixture contained in one vial supplied by the equipment manufacturer. Gently heat with continuous mixing until the gelatin is completely dissolved.

A2.7.3.2 Divide into aliquots each sufficient for one day's analyses. (Thirty millilitres is enough for approximately eleven titrations.) Keep the remainder in a refrigerator, but do not freeze. The solution will keep for about 6 months in the refrigerator. When ready to use, immerse the day's aliquot in hot water to liquefy the gelatin.

A2.7.3.3 Glacial Acetic Acid-Nitric Acid Solution—A typical ratio is 12.5 to 1 (12.5 parts CH₃COOH to 1 part HNO₃).

A2.7.3.4 Mix enough gelatin solution and of acetic acid-nitric acid mixture for one titration. (A typical mixture is 2.5 mL of gelatin solution and 5.4 mL of acetic-nitric acid mixture.)

NOTE A2.10—The solution may be premixed in a larger quantity for convenience, but may not be useable after 24 h.

A2.7.3.5 Run at least three blank values and take an average according to the operating manual of the titrator. Determine separate blanks for both 5 drops of mineral oil and 20 drops of mineral oil.

A2.7.4 Titrator:

A2.7.4.1 Weigh to the nearest 0.1 g and record the weight of the 100-mL beaker.

A2.7.4.2 Remove the sample crucible from the cover assembly support ring using a clean forceps, and, using a wash bottle, rinse both the inside and the outside with water into the 100-mL beaker.

A2.7.4.3 Empty the bomb shell into the 100-mL beaker. Wash down the sides of the bomb shell with water, using a wash bottle.

A2.7.4.4 Remove the cover assembly from the cover assembly support, and, using the wash bottle, rinse the under side, the platinum wire, and the terminals into the same 100-mL beaker. The total amount of washings should be 50 ± 1 g.

A2.7.4.5 Add specified amounts of gelatin mixture and acetic acid-nitric acid mixture, or gelatin mix-acetic acid-nitric acid mixture, if this was premixed, into the 100-mL beaker that contains the 50 g of washings including the decomposed sample.

A2.7.4.6 Titrate using a coulometric titrator, according to operating manual procedure.

A2.7.5 Calculations—Calculate the chloride ion concentration in the sample as follows:

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

where:

P = counter reading obtained with the sample,

B = average counter reading obtained with average of the three blank readings,

M = standardization constant. This is dependent on the instrument range setting in use and the reading obtained with a known amount of the 100 meq of Cl per litre of solution, and

W = weight of sample used, g.

A2.7.6 Precision and Accuracy:

A2.7.6.1 Duplicate results by the same operator can be expected to exhibit the following relative standard deviations:

Approximate % Chlorine	RSD, %
1.0 and above	0.10
0.1	2.5
0.003	5.9

A2.7.6.2 The method can be expected to report values that vary from the true value by the following amounts:

0.1 % chlorine and above	±2%
0.001 to 0.01 % chlorine	±9%

A2.7.6.3 If bromine is present, 36.5 % of the true amount will be reported. If iodine is present, 20.7 % of the true amount will be reported. Fluorine will not be detected.

¹⁰ May be purchased from the equipment supplier. A typical mixture consists of 6 g of gelatin powder, 0.1 g of thymol blue, water soluble, and 0.1 g of thymol, reagent grade, crystal.

A3. METHOD FOR MEASURING TOTAL FLUORINE CONTENT IN COMBUSTIBLE LIQUID PENETRANT MATERIALS

A3.1 Scope and Application

A3.1.1 This method covers the determination of fluorine in combustible liquid penetrant materials, liquid or solid, that do not contain appreciable amounts of interfering elements, or have any insoluble residue after combustion. Its range of applicability is 1 to 200 000 ppm.

A3.1.2 The measure of the fluorine content employs the fluoride selective ion electrode.

A3.2 Summary of Method

A3.2.1 The sample is oxidized by combustion in a bomb containing oxygen under pressure (**Caution**, see A3.2.1.1). The

E 165

fluorine compounds thus liberated are absorbed in a sodium citrate solution and the amount of fluorine present is determined potentiometrically through the use of a fluoride selective ion electrode.

A3.2.1.1 *Safety*—Strict adherence to all of the provisions prescribed hereinafter ensures against explosive rupture of the bomb, or a blow-out, provided the bomb is of proper design and construction and in good mechanical condition. It is desirable, however, that the bomb be enclosed in a shield of steel plate at least 1/2 in. (12.7 mm) thick, or equivalent protection be provided against unforeseeable contingencies.

A3.3 Interferences

A3.3.1 Silicon, calcium, aluminum, magnesium, and other metals forming precipitates with fluoride ion will interfere if they are present in sufficient concentration to exceed the solubility of their respective fluorides. Insoluble residue after combustion will entrain fluorine even if otherwise soluble.

A3.4 Apparatus

A3.4.1 *Bomb*, having a capacity of not less than 300 mL, so constructed that it will not leak during the test, and that quantitative recovery of the liquids from the bomb may be readily achieved. The inner surface of the bomb may be made of stainless steel or any other material that will not be affected by the combustion process or products. Materials used in the bomb assembly, such as the head gasket and leadwire insulation, shall be resistant to heat and chemical action, and shall not undergo any reaction that will affect the fluorine content of the liquid in the bomb.

A3.4.2 *Sample Cup*, nickel, 20 mm in outside diameter at the bottom, 28 mm in outside diameter at the top, and 16 mm in height; or platinum, 24 mm in outside diameter at the bottom, 27 mm in outside diameter at the top, 12 mm in height, and weighing 10 to 11 g.

A3.4.3 *Firing Wire*, platinum, approximately No. 26 B & S gage.

A3.4.4 *Ignition Circuit* (Note A3.1), capable of supplying sufficient current to ignite the nylon thread or cotton wicking without melting the wire.

Note A3.1—**Caution:** The switch in the ignition circuit shall be of a type that remains open, except when held in closed position by the operator.

A3.4.5 *Nylon Sewing Thread*, or *Cotton Wicking*, white.

A3.4.6 *Funnel*, polypropylene (Note A3.2).

A3.4.7 *Volumetric Flask*, polypropylene, 100-mL (Note A3.2).

A3.4.8 *Beaker*, polypropylene, 150-mL (Note A3.2).

A3.4.9 *Pipet*, 100- μ L, Eppendorf-type (Note A3.2).

A3.4.10 *Magnetic Stirrer* and TFE-coated magnetic stirring bar.

A3.4.11 *Fluoride Specific Ion Electrode* and suitable reference electrode.

A3.4.12 *Millivolt Meter* capable of measuring to 0.1 mV.

Note A3.2—Glassware should never be used to handle a fluoride solution as it will remove fluoride ions from solution or on subsequent use carry fluoride ion from a concentrated solution to one more dilute.

A3.5 Reagents

A3.5.1 *Purity of Reagents*—Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, where such specifications are available.⁹ Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

A3.5.2 *Purity of Water*—Unless otherwise indicated, all references to water shall be understood to mean Type I reagent water conforming to Specification D 1193.

A3.5.3 *Fluoride Solution, Stock (2000 ppm)*—Dissolve 4.4200 \pm 0.0005 g of predried (at 130 to 150°C for 1 h, then cooled in a desiccator) sodium fluoride in distilled water and dilute to 1 L.

A3.5.4 *Oxygen*, free of combustible material and halogen compounds, available at a pressure of 40 atm (4.05 MPa).

A3.5.5 *Sodium Citrate Solution*—Dissolve 27 g of sodium citrate dihydrate in water and dilute to 1 L.

A3.5.6 *Sodium Hydroxide Solution (5 N)*—Dissolve 200 g of sodium hydroxide (NaOH) pellets in water and dilute to 1 L; store in a polyethylene container.

A3.5.7 *Wash Solution (Modified TISAB, Total Ionic Strength Adjustment Buffer)*—To 300 mL of distilled water, add 32 mL of glacial acetic acid, 6.6 g of sodium citrate dihydrate, and 32.15 g of sodium chloride. Stir to dissolve and then adjust the pH to 5.3 using 5 N NaOH solution. Cool and dilute to 1 L.

A3.5.8 *White Oil*, refined.

A3.6 Decomposition Procedure

A3.6.1 *Preparation of Bomb and Sample*—Cut a piece of firing wire approximately 100 mm in length. Coil the middle section (about 20 mm) and attach the free ends to the terminals. Arrange the coil so that it will be above and to one side of the sample cup. Place 10 mL of sodium citrate solution in the bomb, place the cover on the bomb, and vigorously shake for 15 s to distribute the solution over the inside of the bomb. Open the bomb, place the sample-filled sample cup in the terminal holder, and insert a short length of thread between the firing wire and the sample. The sample weight used should not exceed 1 g. If the sample is a solid, add a few drops of white oil at this time to ensure ignition of the sample.

Note A3.3—Use of sample weights containing over 20 mg of chlorine may cause corrosion of the bomb. To avoid this it is recommended that for samples containing over 2% chlorine, the sample weight be based on the following table:

Chlorine Content, %	Sample weight, g	White Oil weight, 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

Caution: Do not use more than 1 g total of sample and white oil or other fluorine-free combustible material.

A3.6.2 *Addition of Oxygen*—Place the sample cup in position and arrange the nylon thread, or wisp of cotton so that the end dips into the sample. Assemble the bomb and tighten the cover securely. Admit oxygen (**Caution**, Note A3.4) slowly (to

E 165

avoid blowing the sample from the cup) until a pressure is reached as indicated in Table A3.1.

NOTE A3.4—**Caution:** Do not add oxygen or ignite the sample if the bomb has been jarred, dropped, or tilted.

A3.6.3 *Combustion*—Immerse the bomb in a cold-water bath. Connect the terminals to the open electrical circuit. Close the circuit to ignite the sample. Remove the bomb from the bath after immersion for at least 10 min. Release the pressure at a slow, uniform rate such that the operation requires not less than 1 min. Open the bomb and examine the contents. If traces of unburned oil or sooty deposits are found, discard the determination, and thoroughly clean the bomb before again putting it in use.

A3.6.4 *Collection of Fluorine Solution*—Remove the sample cup with clean forceps and rinse with wash solution into a 100-mL volumetric flask. Rinse the walls of the bomb shell with a fine stream of wash solution from a wash bottle, and add the washings to the flask. Next, rinse the bomb cover and terminals into the volumetric flask. Finally, add wash solution to bring the contents of the flask to the line.

A3.7 Procedure

A3.7.1 Ascertain the slope (millivolts per ten-fold change in concentration) of the electrode as described by the manufacturer.

A3.7.2 Obtain a blank solution by performing the procedure without a sample.

A3.7.3 Immerse the fluoride and reference electrodes in solutions and obtain the equilibrium reading to 0.1 mV. (The condition of the electrode determines the length of time necessary to reach equilibrium. This may be as little as 5 min or as much as 20 min.)

A3.7.4 Add 100 μ L of stock fluoride solution and obtain the reading after the same length of time necessary for A3.7.3.

A3.8 Calculation

A3.8.1 Calculate the fluorine content of the sample as follows:

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

where:

ΔE_1 = millivolt change in sample solution on addition of 100 μ L of stock fluoride solution,

ΔE_2 = millivolt change in blank solution on addition of 100 μ L of the stock fluoride solution,

S = slope of fluoride electrode as determined in A3.7.1, and

W = grams of sample.

A3.9 Precision and Bias

A3.9.1 *Repeatability*—The results of two determinations by the same analyst should not be considered suspect unless they differ by more than 1.1 ppm (0.00011 %) or 8.0 % of the amount detected, whichever is greater.

A3.9.2 *Reproducibility*—The results of two determinations by different laboratories should not be considered suspect unless they differ by 6.7 ppm or 129.0 % of the amount detected, whichever is greater.

A3.9.3 *Bias*—The average recovery of the method is 62 to 64 % of the amount actually present although 83 to 85 % recoveries can be expected with proper technique.

TABLE A3.1 Gage Pressures

Capacity of Bomb, mL	Gage Pressure atm (MPa)	
	min ^a	max
300 to 350	38	40
350 to 400	35	37
400 to 450	30	32
450 to 500	27	29

^a The minimum pressures are specified to provide sufficient oxygen for complete combustion and the maximum pressures present a safety requirement.

A4. DETERMINATION OF ANIONS BY ION CHROMATOGRAPHY WITH CONDUCTIVITY MEASUREMENT

A4.1 Scope and Application

A4.1.1 This method is condensed from ASTM procedures and APHA Method 429 and optimized for the analysis of detrimental substances in organic based materials. It provides a single instrumental technique for rapid, sequential measurement of common anions such as bromide, chloride, fluoride, nitrate, nitrite, phosphate, and sulfate.

A4.2 Summary of Method

A4.2.1 The material must be put in the form of an aqueous solution before analysis can be attempted. The sample is oxidized by combustion in a bomb containing oxygen under pressure. The products liberated are absorbed in the eluant present in the bomb at the time of ignition. This solution is washed from the bomb, filtered, and diluted to a known volume.

A4.2.1.1 A filtered aliquot of sample is injected into a stream of carbonate-bicarbonate eluant and passed through a series of ion exchangers. The anions of interest are separated on the basis of their relative affinities for a low capacity, strongly basic anion exchanger (guard and separator column). The separated anions are directed onto a strongly acidic cation exchanger (suppressor column) where they are converted to their highly conductive acid form and the carbonate-bicarbonate eluant is converted to weakly conductive carbonic acid. The separated anions in their acid form are measured by conductivity. They are identified on the basis of retention time as compared to standards. Quantitation is by measurement of peak area or peak height. Blanks are prepared and analyzed in a similar fashion.

A4.2.2 *Interferences*—Any substance that has a retention time coinciding with that of any anion to be determined will

E 165

interfere. For example, relatively high concentrations of low-molecular-weight organic acids interfere with the determination of chloride and fluoride. A high concentration of any one ion also interferes with the resolution of others. Sample dilution overcomes many interferences. To resolve uncertainties of identification or quantitation use the method of known additions. Spurious peaks may result from contaminants in reagent water, glassware, or sample processing apparatus. Because small sample volumes are used, scrupulously avoid contamination.

A4.2.3 Minimum Detectable Concentration—The minimum detectable concentration of an anion is a function of sample size and conductivity scale used. Generally, minimum detectable concentrations are in the range of 0.05 mg/L for F^- and 0.1 mg/L for Br^- , Cl^- , NO_3^- , NO_2^- , PO_4^{3-} , and SO_4^{2-} with a 100- μ L sample loop and a 10- μ mho full-scale setting on the conductivity detector. Similar values may be achieved by using a higher scale setting and an electronic integrator.

A4.3 Apparatus

A4.3.1 Bomb, having a capacity of not less than 300 mL, so constructed that it will not leak during the test, and that quantitative recovery of the liquids from the bomb may be readily achieved. The inner surface of the bomb may be made of stainless steel or any other material that will not be affected by the combustion process or products. Materials used in the bomb assembly, such as the head gasket and leadwire insulation, shall be resistant to heat and chemical action, and shall not undergo any reaction that will affect the chlorine content of the liquid in the bomb.

A4.3.2 Sample Cup, platinum, 24 mm in outside diameter at the bottom, 27 mm in outside diameter at the top, 12 mm in height outside, and weighing 10 to 11 g; opaque fused silica, wide-form with an outside diameter of 29 mm at the top, a height of 19 mm, and a 5-mL capacity (Note A4.1), or nickel (Kavin capsule form), top diameter of 28 mm, 15 mm in height, and 5-mL capacity.

NOTE A4.1—Fused silica crucibles are much more economical and longer lasting than platinum. After each use, they should be scrubbed out with fine, wet emery cloth, heated to dull red heat over a burner, soaked in hot water for 1 h then dried and stored in a desiccator before reuse.

A4.3.3 Firing Wire, platinum, approximately No. 26 B and S gage.

A4.3.4 Ignition Circuit (Note A4.2), capable of supplying sufficient current to ignite the nylon thread or cotton wicking without melting the wire.

NOTE A4.2—Caution: The switch in the ignition circuit shall be of a type that remains open, except when held in closed position by the operator.

A4.3.5 Nylon Sewing Thread, or Cotton Wicking, white.

A4.3.6 Ion Chromatograph, including an injection valve, a sample loop, guard, separator, and suppressor columns, a temperature-compensated small-volume conductivity cell (6 μ L or less), and a strip chart recorder capable of full-scale response of 2 s or less. An electronic peak integrator is optional. The ion chromatograph shall be capable of delivering 2 to 5 mL eluant/min at a pressure of 1400 to 6900 kPa.

A4.3.7 Anion Separator Column, with styrene

divinylbenzene-based low-capacity pellicular anion-exchange resin capable of resolving Br^- , Cl^- , F^- , NO_3^- , NO_2^- , PO_4^{3-} , and SO_4^{2-} ; 4 \times 250 mm.

A4.3.8 Guard Column, identical to separator column except 4 \times 50 mm, to protect separator column from fouling by particulates or organics.

A4.3.9 Suppressor Column, high-capacity cation-exchange resin capable of converting eluant and separated anions to their acid forms.

A4.3.10 Syringe, minimum capacity of 2 mL and equipped with a male pressure fitting.

A4.4 Reagents

A4.4.1 Purity of Reagents—Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, where such specifications are available.⁹ Other grades may be used provided it is first ascertained that the reagent has sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

A4.4.2 Deionized or Distilled Water, free from interferences at the minimum detection limit of each constituent and filtered through a 0.2- μ m membrane filter to avoid plugging columns.

A4.4.3 Eluant Solution, sodium bicarbonate-sodium carbonate, 0.003M $NaHCO_3$ -0.0024M Na_2CO_3 ; dissolve 1.008 g $NaHCO_3$ and 1.0176 g Na_2CO_3 in water and dilute to 4 L.

A4.4.4 Regenerant Solution 1, H_2SO_4 , 1 N, use this regenerant when suppressor is not a continuously regenerated one.

A4.4.5 Regenerant Solution 2, H_2SO_4 , 0.025 N, dilute 2.8 mL conc H_2SO_4 to 4 L or 100 mL regenerant solution 1 to 4 L. Use this regenerant with continuous regeneration fiber suppressor system.

A4.4.6 Standard Anion Solutions, 1000 mg/L, prepare a series of standard anion solutions by weighing the indicated amount of salt, dried to a constant weight at 105°C, to 1000 mL. Store in plastic bottles in a refrigerator; these solutions are stable for at least one month.

Anion	Salt	Amount g/L
Cl^-	NaCl	1.6485
F^-	NaF	2.2100
Br^-	NaBr	1.2876
NO_3^-	NaNO ₃	1.3707
NO_2^-	NaNO ₂	1.4998
PO_4^{3-}	KH_2PO_4	1.4330
SO_4^{2-}	K_2SO_4	1.8141

A4.4.7 Combined Working Standard Solution, High Range—Combine 10 mL of the Cl^- , F^- , NO_3^- , NO_2^- , and PO_4^{3-} standard anion solutions, 1 mL of the Br^- , and 100 mL of the SO_4^{2-} standard solutions, dilute to 1000 mL, and store in a plastic bottle protected from light; contains 10 mg/L each of Cl^- , F^- , NO_3^- , NO_2^- , and PO_4^{3-} , 1 mg Br^- /L, and 100 mg SO_4^{2-} /L. Prepare fresh daily.

A4.4.8 Combined Working Standard Solution, Low Range—Dilute 100 mL combined working standard solution, high range, to 1000 mL and store in a plastic bottle protected from light; contains 1.0 mg/L each Cl^- , F^- , NO_3^- , NO_2^- , and PO_4^{3-} , 0.1 mg Br^- /L, and 10 mg SO_4^{2-} /L. Prepare fresh daily.

A4.4.9 Alternative Combined Working Standard

E 165

Solutions—Prepare appropriate combinations according to anion concentration to be determined. If NO_2^- and PO_4^{3-} are not included, the combined working standard is stable for one month.

A4.5 Decomposition Procedure

A4.5.1 Preparation of Bomb and Sample—Cut a piece of firing wire approximately 100 mm in length. Coil the middle section (about 20 mm) and attach the free ends to the terminals. Arrange the coil so that it will be above and to one side of the sample cup. Place 5 mL of $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$ solution in the bomb, place the cover on the bomb, and vigorously shake for 15 s to distribute the solution over the inside of the bomb. Open the bomb, place the sample-filled sample cup in the terminal holder, and insert a short length of thread between the firing wire and the sample. The sample weight used should not exceed 1 g. If the sample is a solid, add a few drops of white oil at this time to ensure ignition of the sample.

NOTE A4.3—Use of sample weights containing over 20 mg of chlorine may cause corrosion of the bomb. To avoid this it is recommended that for samples containing over 2 % chlorine, the sample weight be based on the following:

Chlorine content, %	Sample weight, g	White Oil weight, 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

CAUTION: Do not use more than 1 g total of sample and white oil or other fluorine-free combustible material.

A4.5.2 Addition of Oxygen—Place the sample cup in position and arrange the nylon thread, or wisp of cotton so that the end dips into the sample. Assemble the bomb and tighten the cover securely. Admit oxygen (**Caution**, Note A4.4) slowly (to avoid blowing the sample from the cup) until a pressure is reached as indicated in Table A4.1.

NOTE A4.4—Caution: Do not add oxygen or ignite the sample if the bomb has been jarred, dropped, or tilted.

A4.5.3 Combustion—Immerse the bomb in a cold-water bath. Connect the terminals to the open electrical circuit. Close the circuit to ignite the sample. Remove the bomb from the bath after immersion for at least 10 min. Release the pressure at a slow, uniform rate such that the operation requires not less than 1 min. Open the bomb and examine the contents. If traces of unburned oil or sooty deposits are found, discard the determination, and thoroughly clean the bomb before again putting it in use.

A4.5.4 Collection of Solution—Remove the sample cup with clean forceps and rinse with deionized water and filter the

washings into a 100-mL volumetric flask. Rinse the walls of the bomb shell with a fine stream of deionized water from a wash bottle, and add the washings through the filter paper to the flask. Next, rinse the bomb cover and terminals and add the washings through the filter into the volumetric flask. Finally, add deionized water to bring the contents of the flask to the line. Use aliquots of this solution for the ion chromatography (IC) analysis.

A4.6 Procedure

A4.6.1 System Equilibration—Turn on ion chromatograph and adjust eluant flow rate to approximate the separation achieved in Fig. A4.1 (2 to 3 mL/min). Adjust detector to desired setting (usually 10 μmho) and let system come to equilibrium (15 to 20 min). A stable base line indicates equilibrium conditions. Adjust detector offset to zero-out eluant conductivity; with the fiber suppressor adjust the regeneration flow rate to maintain stability, usually 2.5 to 3 mL/min.

A4.6.1.1 Set up the ion chromatograph in accordance with the manufacturer's instructions.

A4.6.2 Calibration—Inject standards containing a single anion or a mixture and determine approximate retention times. Observed times vary with conditions but if standard eluant and anion separator column are used, retention always is in the order F^- , Cl^- , NO_2^- , PO_4^{3-} , Br^- , NO_3^- , and SO_4^{2-} . Inject at least three different concentrations for each anion to be measured and construct a calibration curve by plotting peak height or area against concentration on linear graph paper. Recalibrate whenever the detector setting is changed. With a system requiring suppressor regeneration, NO_2^- interaction with the suppressor may lead to erroneous NO_2^- results; make this determination only when the suppressor is at the same stage of exhaustion as during standardization or recalibrate frequently. In this type of system the water dip (see Note A4.4) may shift slightly during suppressor exhaustion and with a fast run column this may lead to slight interference for F^- or Cl^- . To eliminate this interference, analyze standards that bracket the expected result or eliminate the water dip by diluting the sample with eluant or by adding concentrated eluant to the sample to give the same $\text{HCO}_3^-/\text{CO}_3^{2-}$ concentration as in the eluant. If sample adjustments are made, adjust standards and blanks identically.

NOTE A4.5—Water dip occurs because water conductivity in sample is

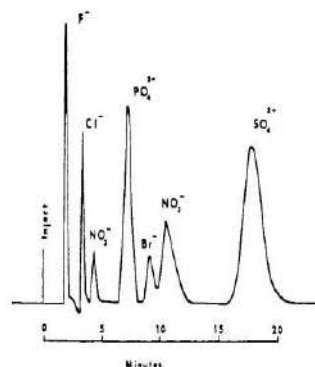


FIG. A4.1 Typical Anion Profile

TABLE A4.1 Gage Pressures

Capacity of Bomb, mL	Gage Pressures, atm	
	mm ²	max
300 to 350	38	40
350 to 400	35	37
400 to 450	30	32
450 to 500	27	29

^A The minimum pressures are specified to provide sufficient oxygen for complete combustion and the maximum pressures present a safety requirement.

E 165

less than eluant conductivity (eluant is diluted by water).

A4.6.2.1 If linearity is established for a given detector setting, it is acceptable to calibrate with a single standard. Record the peak height or area and retention time to permit calculation of the calibration factor, F .

A4.6.3 *Sample Analysis*—Remove sample particulates, if necessary, by filtering through a prewashed 0.2- μm -pore-diam membrane filter. Using a prewashed syringe of 1 to 10 mL capacity equipped with a male luer fitting inject sample or standard. Inject enough sample to flush sample loop several times: for 0.1 mL sample loop inject at least 1 mL. Switch ion chromatograph from load to inject mode and record peak heights and retention times on strip chart recorder. After the last peak (SO_4^{2-}) has appeared and the conductivity signal has returned to base line, another sample can be injected.

A4.6.4 *Regeneration*—For systems without fiber suppressor regenerate with 1 N H_2SO_4 in accordance with the manufacturer's instructions when the conductivity base line exceeds 300 μmho when the suppressor column is on line.

A4.7 Calculation

A4.7.1 Calculate concentration of each anion, in mg/L , by referring to the appropriate calibration curve. Alternatively, when the response is shown to be linear, use the following equation:

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

where:

C = mg anion/L ,

H = peak height or area,

F = response factor – concentration of standard/height (or area) of standard, and

D = dilution factor for those samples requiring dilution.

A4.8 Precision and Bias

A4.8.1 Samples of reagent water to which were added the common anions were analyzed in 15 laboratories with the results shown in Table A4.2.

TABLE A4.2 Precision and Accuracy Observed for Anions at Various Concentration Levels in Reagent Water

Anion	Amount Added, mg/L	Amount Found, mg/L	Overall Precision, mg/L	Single-Operator Precision, mg/L	Significant Bias 95 % Level
F^-	0.48	0.49	0.05	0.03	No
F^-	4.84	4.64	0.52	0.46	No
Cl^-	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_2^-	0.45	0.09	0.09	0.04	Yes, neg
NO_2^-	21.8	19.4	1.9	1.3	Yes, neg
Br^-	0.25	0.25	0.04	0.02	No
Br^-	13.7	12.9	1.0	0.6	No
PO_4^{3-}	0.18	0.10	0.06	0.03	Yes, neg
PO_4^{3-}	0.49	0.34	0.15	0.17	Yes, neg
NO_3^-	0.50	0.33	0.16	0.03	No
NO_3^-	15.1	14.8	1.15	0.9	No
SO_4^{2-}	0.51	0.52	0.07	0.03	No
SO_4^{2-}	43.7	43.5	2.5	2.2	No

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428.

This standard is copyrighted by ASTM, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9685 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (<http://www.astm.org>).

Anexo 5

Código ASTM 165 M (Resumen en español)

ASTM E165/E165M-23

5.1 Los métodos de prueba con líquidos penetrantes indican la presencia, la ubicación y, en cierta medida, la naturaleza y magnitud de las discontinuidades detectadas. Cada uno de los diversos métodos de penetración ha sido diseñado para usos específicos, como elementos críticos de servicio, volumen de piezas, portabilidad o áreas localizadas de examen. El método seleccionado dependerá en consecuencia de los requisitos de diseño y servicio de las piezas o materiales que se estén probando.

Alcance

1.1 Esta práctica cubre los procedimientos para el examen de materiales con líquidos penetrantes. El ensayo con líquidos penetrantes es un método de ensayo no destructivo para detectar discontinuidades que están expuestas a la superficie, como grietas, costuras, solapes, cierres en frío, encogimiento, laminaciones, fugas pasantes o falta de fusión, y es aplicable a exámenes en proceso, finales y de mantenimiento. Puede utilizarse de manera efectiva en el examen de materiales metálicos no porosos, metales ferrosos y no ferrosos, y de materiales no metálicos como cerámicas no porosas vidriadas o completamente densificadas, así como ciertos plásticos no porosos y vidrio.

1.2 Esta práctica también proporciona una referencia:

1.2.1 Mediante el cual se puede revisar un proceso de examen de líquidos penetrantes recomendado o requerido por organizaciones individuales para determinar su aplicabilidad e integridad.

1.2.2 Para su uso en la preparación de especificaciones de procesos y procedimientos relacionados con la prueba de líquidos penetrantes de piezas y materiales. Se recomienda enfáticamente que el cliente que solicita la prueba de líquidos penetrantes esté de acuerdo. Todas las áreas de esta práctica pueden estar abiertas a un acuerdo entre la organización de ingeniería competente y el proveedor, o a una dirección específica de la organización de ingeniería competente.

1.2.3 Para uso en la organización de instalaciones y personal relacionado con pruebas de líquidos penetrantes.

1.3 Esta práctica no indica ni sugiere criterios para la evaluación de las indicaciones obtenidas mediante pruebas de penetración. Sin embargo, debe señalarse que, una vez encontradas las indicaciones, éstas deben interpretarse o clasificarse y luego evaluarse. Para ello, debe existir un código, una norma o un acuerdo específico que defina el tipo, el tamaño, la ubicación y la dirección de las indicaciones que se consideran aceptables y las que se consideran inaceptables.

1.4 Unidades: Los valores indicados en unidades del SI o en unidades de pulgada-libra deben considerarse por separado como estándar. Los valores indicados en cada sistema pueden no ser equivalentes exactos; por lo tanto, cada sistema debe utilizarse independientemente del otro. La combinación de valores de los dos sistemas puede dar como resultado una no conformidad con la norma.

1.5 Esta norma no pretende abordar todas las cuestiones de seguridad, si las hubiera, asociadas con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer prácticas adecuadas de seguridad, salud y medio ambiente y determinar la aplicabilidad de las limitaciones reglamentarias antes de su uso.

1.6 Esta norma internacional fue desarrollada de conformidad con los principios internacionalmente reconocidos sobre normalización establecidos en la Decisión sobre Principios para la Elaboración de Normas, Guías y Recomendaciones Internacionales emitida por el Comité de Obstáculos Técnicos al Comercio (OTC) de la Organización Mundial del Comercio.