

## Normes

# Analyses des pénétrants fluorescents

## Nouvelles exigences



► Par **Fabien CORMIER**, ingénieur chimiste, chef produit Fluxo-ressuage & magnétoscopie, SREM Technologies.

*Des normes récentes imposent, sur les pénétrants fluorescents en cours d'utilisation, des analyses spécifiques : nous pouvons ainsi citer les différents tests de la norme NADCAP AS7114/1. Ces tests sont également mentionnés dans la norme ASTM E1417, la nouvelle norme Airbus AITM6-1001, mais aussi dans la norme américaine AMS 2644D. Ceci confirme la tendance d'une harmonisation des différentes normes au niveau du suivi des pénétrants fluorescents. La norme européenne EN ISO 3452-2 prend également en compte certaines de ces analyses.*

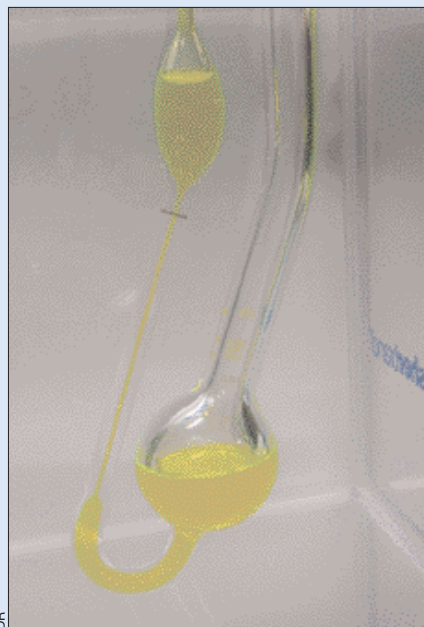
**L**es utilisateurs de pénétrants fluorescents appliqués par immersion sont de plus en plus confrontés à différentes questions : quelles analyses doivent être effectuées sur leur pénétrant fluorescent ? À quelle fréquence ? Selon quels modes opératoires ? Quelles analyses sont imposées par les nouvelles normes en vigueur ?

La plupart des tests courants sont effectués régulièrement par les opérateurs CND, par exemple :

- performance du pénétrant (test journalier sur cales références) ;
- vérification des niveaux et températures ;
- concentration de l'émulsifiant (test hebdomadaire effectué à l'aide d'un réfractomètre à main) ;
- vérification de l'éclairage (lumière UV-A et lumière visible parasite).

Mais dans la plupart de ces normes 3 analyses spécifiques sont également demandées :

- la mesure de la teneur en eau mensuelle des pénétrants lavables à l'eau ;
- le contrôle de la fluorescence trimestrielle ;
- l'analyse physicochimique annuelle.



Analyse de la viscosité.

### Mesure de la teneur en eau mensuelle des pénétrants lavables à l'eau

Depuis leur origine (en remontant à 1942), qu'ils soient lavables à l'eau, éliminables au solvant ou à post-émulsion, les pénétrants ont bien souvent comme support des hydrocarbures pétroliers ou

d'autres composés organiques. En raison de leur composition chimique, ces pénétrants entrent généralement dans la catégorie des substances dangereuses. Ils sont classés et étiquetés comme produits nocifs.

S'agissant de produits de contrôle non destructif, les produits de ressuage ne doivent pas être corrosifs, et en plus ils ne doivent affecter ni les caractéristiques mécaniques des éléments structuraux ni leur tenue à la fatigue. En ce qui concerne les bains de pénétrants, ceux-ci sont exposés à la pollution atmosphérique qui peut véhiculer toutes sortes de contaminants, notamment chlorés et sulfurés.

Dans les pénétrants à support pétrolier, il est évident que les inhibiteurs de corrosion qu'ils renferment sont organiques. Ils sont donc solubles dans les fractions pétrolières et peu solubles en milieu aqueux.

En cours d'utilisation, les bains de pénétrants à base pétrolière peuvent être pollués par de l'eau, à cause soit de projections accidentelles d'eau, soit de l'entraînement d'eau par des pièces mal séchées après le dégraissage alcalin précédant le contrôle par ressuage.

S'il s'agit d'un pénétrant lavable à l'eau, cette dernière va s'émulsionner avec le pénétrant. Dès que la teneur en eau du pénétrant dépasse sa tolérance (généralement de 10 à 20 % en volume), cette émulsion casse en 2 phases. La phase supérieure est constituée de composants organiques en solution dans les fractions pétrolières. La phase inférieure est composée de substances hydrosolubles dans de l'eau. Les colorants, étant organiques, se retrouvent majoritairement dans la phase supérieure et beaucoup moins dans la phase inférieure. La présence de colorants dans la phase inférieure s'explique par le fait que l'eau contient une certaine proportion d'agents tensioactifs.

Il est certain que la présence d'eau dans ces pénétrants affecte la sensibilité de détection et, par là même, la fiabilité de détection. De plus, leurs inhibiteurs sont inefficaces pour lutter contre la corrosivité des cations et des anions que cette eau peut renfermer.

Ce phénomène est moins important avec les pénétrants à post-émulsion dans la mesure où ils sont peu miscibles à l'eau. Comme leur masse volumique est généralement comprise entre 900 et 950 kg/m<sup>3</sup>, l'eau tend à se rassembler au point bas de la cuve.

Ainsi, la plupart des normes imposent une mesure mensuelle de la teneur en eau des pénétrants préémulsionnés. Cette teneur en eau ne doit pas dépasser la valeur limite de 5 %.

Aucune mesure n'est imposée pour les pénétrants à post-émulsion, puisque l'eau n'est que peu miscible dans ces pénétrants.

#### Contrôle de la fluorescence trimestriel

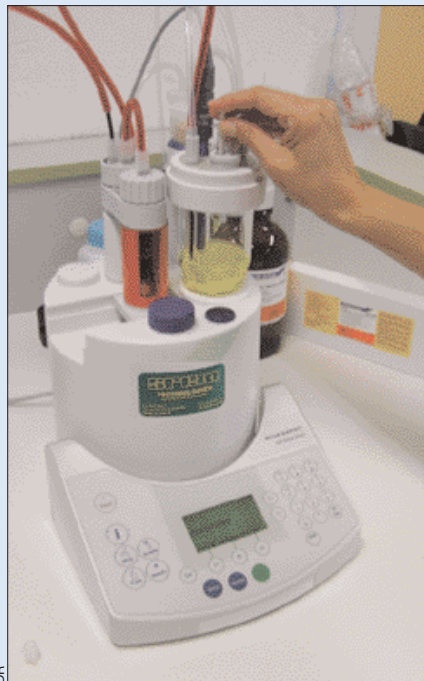
La fluorescence du pénétrant peut être altérée pendant son utilisation par différents facteurs : pollution du bain, température d'utilisation excessive, etc.

Ces polluants sont bien connus et ils tuent la fluorescence des pénétrants. Ils résultent d'un mauvais nettoyage :

- après décapage alcalin : composés fortement basiques tels qu'hydroxydes de potassium ou de sodium pouvant être associés à du permanganate de potassium, etc. ;
- après décapage acide : chlorure d'hydrogène, fluorure d'hydrogène, acide sulfurique, acide chromique, etc.

Bien que les pénétrants fluorescents de nouvelle génération présentent une bonne résistance au phénomène d'évanouissement de la fluorescence (phénomène connu sous le vocable anglais de "Heat Fade"), une température excessive pendant une durée plus ou moins longue peut malgré tout exercer une action néfaste.

Étant donné qu'une perte de fluorescence du pénétrant entraîne une perte de



Mesure de la teneur en eau mensuelle des pénétrants lavables à l'eau.

sensibilité de détection, il est donc important de contrôler la fluorescence du pénétrant.

Une vérification visuelle peut être effectuée hebdomadairement. Un papier filtre est imbibé dans le pénétrant à vérifier (qui peut être dilué dans un solvant volatil) et un autre dans le pénétrant neuf (servant d'étalon de référence). Les papiers filtres imprégnés des 2 pénétrants sont séchés (étuve à la température maximum 85 °C) puis leur fluorescence est comparée sous lumière UV. Si une différence "appréciable" entre les 2 pénétrants est constatée, le pénétrant doit être remplacé.

Néanmoins, cette vérification visuelle a ses limites en considérant la subjectivité de l'opérateur et son aptitude à déceler une faible variation de couleur. Il est ainsi difficile de décrire ou de normaliser une différence "appréciable".

Ainsi, la plupart des normes imposent un contrôle de la fluorescence trimestriel à l'aide d'un fluorimètre.

Le principe est simple : le pénétrant est soumis à un éclairage UV-A (rayonnement UV-A excitateur centré sur la longueur d'onde de 365 nm) et la fluo-

rescence émise par ce pénétrant (lumière émise à 550 nm) est mesurée. Cette technique permet de comparer plus précisément l'intensité de fluorescence du pénétrant.

Les papiers filtres sont préparés dans une solution contenant un certain pourcentage de pénétrant puis séchés. Ensuite, la fluorescence émise par le pénétrant référence et par le pénétrant testé est mesurée.

L'intensité de fluorescence de l'échantillon est alors obtenue en divisant la valeur moyenne donnée par le pénétrant testé par la valeur moyenne donnée par le pénétrant référence.

L'intensité de fluorescence du pénétrant testé doit être au moins égale à 90 % de celle de l'échantillon référence.

Toutes ces normes se réfèrent à l'ASTM E1135 ("Standard Test Method for Comparing the Brightness of fluorescent penetrant"), qui présente différents fluorimètres capables d'effectuer cette mesure.

#### Analyse physicochimique annuelle

Une analyse physicochimique complète du pénétrant est, dans la plupart des cas, effectuée annuellement pour valider techniquement le produit et ainsi prouver que le changement complet de la cuve de pénétrant n'est pas nécessaire.

Un certain nombre de mesures et d'essais peuvent être effectués :

- aspect et couleur ;
- contamination ;
- mesure de la teneur en eau ;
- contrôle de la fluorescence ;
- stabilité de la fluorescence ;
- densité ;
- viscosité cinématique ;
- test de sensibilité ;
- test de lavabilité ;
- tolérance à l'eau ;
- test de corrosion.

#### Conclusion

Ces différentes analyses (mesure de la teneur en eau mensuelle ; contrôle de la fluorescence trimestrielle ; analyse physicochimique annuelle) vous permettent de fiabiliser, tout au long de l'année, la qualité de votre pénétrant fluorescent en cours d'utilisation.