

ABNAHMEPRÜFZEUGNIS

nach EN 10 204 - 3.2

Auftrag-Nr.: 20060893

Ausfertigung: MP-TA / Be

Antragsteller: Helmut Klumpf Technische Chemie KG
Industriestr. 15
45699 Herten

Antrag vom: 24.04.06

Ihr Zeichen: U. Ellingen

Inhalt des Antrages: Musterprüfung nach DIN EN ISO 9934 Teil 2, März 2003 an einem Prüfmittel für die Magnetpulverprüfung und zusätzliche Bestimmung der korrosiven Bestandteile nach ASME Code, Section V, Article 6, T-641, Addenda July 1st 2004. Auf Wunsch des Kunden ohne Langzeit-test.

Prüfobjekt: Magnetpulversuspension MPS-F Charge 517

PI-Nr.:

Eingangsdatum:

Eingeliefert durch / Probennahme von*: Paketdienst

Daten* der Prüfung(en):

Umfang des Prüfberichtes: 10 Seiten einschl. des Deckblattes

Die Prüfergebnisse beziehen sich ausschließlich auf die Prüfobjekte.

Der Prüfbericht darf - auch auszugsweise oder verkürzt - nicht ohne schriftliche Genehmigung der Materialprüfanstalt veröffentlicht werden.

* Nichtzutreffendes streichen.

1. Vorgang:

Die Materialprüfanstalt wurde vom Antragsteller beauftragt, eine Musterprüfung an dem Prüfmitteln Magnetpulversuspension MPS-F durchzuführen. Auf Wunsch des Kunden wurde kein Langzeittest durchgeführt.

2. Prüfobjekte:

Nassprüfmittel, organische Dispersion: Magnetpulversuspension MPS-F,
fluoreszierend, Charge 517

organische Trägerflüssigkeit: zur Magnetpulversuspension MPS-F

3. Untersuchungsmethode:

Die Musterprüfung beinhaltet eine Aussage über die Anzeigen des Prüfmittels sowie über die Einzeleigenschaften des Magnetpulverprüfmittels und der Trägerflüssigkeit. Die Durchführung der Untersuchung entspricht hinsichtlich der Auswertung der Anzeigen als auch der Einzeleigenschaften den Festlegungen in DIN EN ISO 9934 Teil 2, März 2003.

3.1 Vergleichskörper:

Als Prüfstücke wurden Vergleichskörper 1 und 2 nach DIN EN ISO 9934 Teil 2, Anhang B verwendet.

Der Vergleichskörper 1 ist eine Scheibe mit zwei Arten von natürlichen Rissen. Die groben Risse sind Schleifrisse, die feinen Risse sind Spannungskorrosionsrisse. Der Vergleichskörper ist mit einem zentralen Leiter durch die Bohrung remanent magnetisiert und entspricht den Vorgaben des Anhangs B der DIN EN ISO 9934 Teil 2.

Der zur Ermittlung der Empfindlichkeit von Prüfmitteln dienende Vergleichskörper 2 ist eine selbsthaltende Einheit, die keine externe Magnetisierung benötigt. Sie enthält zwei Stahlblöcke und zwei Permanentmagnete. Die Kalibrierung ist so eingestellt, dass die Markierung - 4 einer Feldstärke von -100 A/m +/- 10% entspricht die Markierung + 4 einer Feldstärke von +100 A/m +/- 10% entspricht.

3.2 Einzeleigenschaften der Prüfobjekte:

3.2.1. Durchführung der Prüfungen / Eignung

Die Ermittlung der Eignung des Prüfmittels für die Magnetpulverprüfung wurde nach Anhang A der DIN EN ISO 9934 Teil 2 durchgeführt. Zur Entfernung von Fluoreszenzfarbstoffen, Oxiden, Schmutz und Rost wurden die Vergleichskörper rückstandsfrei gereinigt. Die daran anschließende Aufbringung des Prüfmittels (Sprührichtung $90^\circ \pm 10^\circ$ zur Prüffläche, Sprühdauer: 3 bis 5 s) erfolgte auf dem um $45^\circ \pm 10^\circ$ geneigten Vergleichskörper. Die Betrachtung der Vergleichskörper entsprach den Festlegungen der EN ISO 3059.

Zum geforderten Vergleich des Prüfmittels mit einem Referenzprüfmittel siehe Anmerkung **** bei den am Ende dieses Berichtes tabellarisch aufgeführten Einzeleigenschaften.

Die Gesamtlänge der Anzeigen auf dem Vergleichskörper 2 wurde ausgemessen.

Die Prüfung wurde dreimal wiederholt (visuell oder äquivalente Messmethode) und der Mittelwert der Ergebnisse verwendet.

3.2.2. Farbe

Die Farbe des Magnetpulverprüfmittels wurde mit den Herstellerangaben verglichen.

3.2.3. Korngrößenbereich

Die Ermittlung der Korngröße des Prüfmittels wurde nach dem Laser-Beugungs-Verfahren durchgeführt.

Die Korngröße der Magnetpulverteilchen wird folgendermaßen beschrieben:

Bei Nassprüfmitteln müssen sich die Korngrößen im Bereich

- Unterer Durchmesser d_l : weniger als 10% der Teilchen sind kleiner als d_l
- Mittlerer Durchmesser d_a -/-
- Oberer Durchmesser d_u : weniger als 10% der Teilchen sind größer als d_u

aufgliedern.

Bei Trockenprüfmitteln ist d_l im Allgemeinen $\geq 40 \mu\text{m}$.

3.2.4. Temperaturbeständigkeit

Das Prüfmittel wurde auf eine Metallplatte, die auf die vom Hersteller angegebene Temperatur aufgeheizt wurde, aufgesprüht und 5 Minuten bei der Temperatur gelagert. Danach erfolgte eine visuelle Auswertung auf Beschädigungen (Farbveränderungen, Aussehen, Auflösung, Blasenbildung) sowie eine Ansicht zur Empfindlichkeitsbeurteilung.

3.2.5. Fluoreszenzkoeffizient und Fluoreszenzbeständigkeit

Die Pulveroberfläche wurde gleichmäßig in einer Messanordnung gemäß DIN EN ISO 9934 Teil 2 mit UV-A Strahlung unter einem Winkel von $45^\circ \pm 5^\circ$ bestrahlt.

Die Leuchtdichte der Pulveroberfläche wurde unbeeinflusst durch die Bereiche außerhalb der Pulveroberfläche mit einem geeigneten Messgerät (Messunsicherheit $\pm 10\%$) ermittelt.

Die Bestrahlungsstärke wurde mit einem Messgerät nach EN ISO 3059 mit einem UV-Sensor an der Stelle der Pulveroberfläche gemessen.

Der Fluoreszenzkoeffizient β aus Leuchtdichte und Bestrahlungsstärke muss hierbei $> 1,5$ cd/W sein.

Anschließend wurde durch eine Langzeitbestrahlung (30 min bei einer UV-A Bestrahlungsstärke von mind. 20 W/m^2) ein weiterer Fluoreszenzkoeffizient ermittelt. Dieser darf gegenüber dem zuerst ermittelten Koeffizienten um nicht mehr als 5% abgenommen haben.

3.2.6. Fluoreszenz der Trägerflüssigkeit

Die Fluoreszenz der Trägerflüssigkeit unter UV-A Bestrahlung wurde visuell im Vergleich mit einer Quinine-Sulfatlösung ermittelt. Die Konzentration der Quinine-Sulfatlösung in 0,1 Normale H_2SO_4 betrug $7 \times 10^{-9} \text{ M}$ (5,5 ppm). Die zu prüfende Flüssigkeit darf nicht stärker fluoreszieren, als die Quinine-Sulfatlösung

3.2.7. Flammpunkt

Die Ermittlung des Flammpunktes wurde im offenen Tiegel nach Cleveland DIN ISO 2592 durchgeführt.

3.2.8. Viskosität der Trägerflüssigkeit

Die Viskosität wurde nach EN ISO 3104 (nach Ubbelohde) bei 20°C ermittelt. Der Wert ist in $\text{m Pa} \cdot \text{s}$ angegeben. Die Messabweichung beträgt maximal 1%.

3.2.9. Mechanische Stabilität

Kurzzeitprüfung:

Zur Ermittlung der mechanischen Stabilität gemäß einer Kurzzeitprüfung wurde 1 Liter Probenmaterial 2 Stunden mit einem Rührwerk nach DIN EN ISO 9934 gerührt. Im Anschluß wurden die vom gerührten Prüfmittel hervorgerufenen Anzeigen auf einem Vergleichskörper 1 und 2 mit den Anzeigen der Originalprobe verglichen. Es durften keine merklichen Änderungen der Anzeigenerkennbarkeit auftreten.

3.2.10. Schäumverhalten

Das Schäumverhalten wurde mit den Anordnungen zur Ermittlung der mechanischen Stabilität ermittelt, wobei keine signifikante Schäumung auftreten durfte.

3.2.11. Lagerungsbeständigkeit

Es wurde überprüft, ob die Originalbehälter vom Hersteller mit einem Verfallsdatum versehen waren.

3.2.12. Gehalt an Schwefel und Halogenen

Zum Nachweis eines Schwefelanteils unter 200×10^{-6} und eines Halogenanteils unter 200×10^{-6} , wurden die Prüfmittel mit dem Bombenverfahren verbrannt.

Die daran anschließende Gesamt-Schwefelbestimmung erfolgte photometrisch nach ASTM D 516-02, die Bestimmung des Gesamtgehaltes der Halogene Chlor und Fluor erfolgte nach ASTM E 165-02, Anhang 2, Methode A potentiometrisch auf Chlor und nach ASTM E 165-02, Anhang 3 mit ionenspezifischer Elektrode auf Fluor.

Das beschriebene Verfahren besitzt eine maximale Messabweichung von $\pm 10 \times 10^{-6}$ bei einem Schwefel- und Halogengehalt von 200×10^{-6} .

4. Untersuchungsergebnisse:

Die Untersuchungsergebnisse der Einzeleigenschaften sind Blatt 6 bis 8 zu entnehmen.

5. Zusammenfassung:

Aufgrund der Untersuchungsergebnisse wurde die Eignung des Prüfmittels Magnetpulversuspension MPS-F nachgewiesen. Das Prüfmittel erfüllt die Anforderungen nach DIN EN ISO 9934 Teil 2, Ausgabe März 2003.

Das Prüfobjekt

Magnetpulversuspension MPS-F

darf mit "Niedriger Schwefel- und Halogengehalt" nach DIN EN ISO 9934 Teil 2 gekennzeichnet werden.

Hinsichtlich des Gehalts an korrosiven Bestandteilen erfüllt das untersuchte Prüfobjekt gleichzeitig die Forderungen des ASME Codes, Section V, Article 6, T-641, Ausgabe 2004.

Hannover, 06.07.2006

Für den Vorstand



Dr.-Ing. A. Kinzel



Sachbearbeiter



Dipl.-Ing. H. Berger

Prüfobjekt: Organisches Trägermittel für MPS-F

Einzeleigenschaft	für*	Ermittlung nach DIN EN ISO 9934-2 Abschn.:	Anforderung	Ergebnis
Farbe	Q*	7.2	Vergleich mit Herstellerangaben (Q) oder Musterprüfung (B)	Farbe identisch
Temperaturbeständigkeit	Q	7.4	Prüfen auf Veränderungen durch Aufheizen	keine Veränderungen erkennbar R.T.
Flammpunkt	QB	7.7	k.A.	62°C
Fluoreszenz der Trägerflüssigkeit	QBP	7.6	nicht heller als Quinine-Sulfat Lösung	Anforderung erfüllt
Viskosität	Q	7.9 / ISO 3104	bei 20°C < 5 m Pa · s	1,6 m Pa s Anforderung erfüllt
Schäumverhalten	Q	7.11	keine signifikante Schaumbildung	Anforderung erfüllt
Lagerungsbeständigkeit	QB	7.13	Kontrolle des Herstellervermerks auf dem Prüfmittel	Vermerk vorhanden
Gehalt an Schwefel und Halogenen**	B Q sinnvoll	7.15	- Schwefelgehalt 200×10^{-6} - Summe Halogenanteil (Cl/F) 200×10^{-6} (ohne Verdpfg.) (Entspricht jew. 0,02 Gew. %)	S: 0,004 Gew. % Cl: 0,001 Gew. % F: $0,001$ Gew. % Anforderungen erfüllt

* notwendig für Musterprüfung (Q), Chargenprüfung (B), Betriebsprüfung (P)

** für Prüfmittel, die gekennzeichnet sind mit „Niedriger Schwefel- und Halogengehalt“

**** Der in der Norm geforderte Vergleich der Anzeigefähigkeit mit einem Referenzprüfmittel ist zur Zeit nicht möglich, da ein solches Referenzprüfmittel nicht definiert ist. Daher wird eine Datenbank zum Vergleich marktüblicher Prüfmittel aufgebaut. Da bisher zu wenige Musterprüfungen durchgeführt wurden, sind noch keine statistisch abgesicherten Beurteilungen möglich.

Hannover, 06.07.06
 Sachbearbeiter



Dipl.-Ing. H. Berger

Prüfobjekt: Nassprüfmittel MPS-F, Charge 517, (Trägermittel: organische Flüssigkeit),
 gebrauchsfertig, fluoreszierend:

Einzeleigenschaft	für*	Ermittlung nach EN ISO 9934-2 Abschnitt:	Anforderung	Ergebnis
Eignung	QBP*	7.1	Anzeigefähigkeit auf Vergleichskörper 1 Ermittlung der Anzeigenlängen auf Vergleichskörper 2.	siehe Blatt 10 **** Gesamtlänge der beiden Anzeigen: 5,5 cm
Farbe	QBP*	7.2	Vergleich mit Herstellerangaben (Q) oder Musterprüfung (B)	Farbe identisch
Korngröße	QB	7.3	Ermittlung (Q) bzw. Vergleich mit Musterprüfung (B) $d \geq 1,5 \mu\text{m}$ und $\leq 40 \mu\text{m}$ ***	$d_{10} = 2,75 \mu\text{m} \Rightarrow 1,5 \mu\text{m}$ $d_{50} = 14,44 \mu\text{m}$ $d_{90} = 37,53 \mu\text{m} < 40 \mu\text{m}$ Anforderung erfüllt
Temperaturbeständigkeit	Q	7.4	Prüfen auf Beschädigungen durch Aufheizen	keine Beschädigungen erkennbar R.T.
Flammpunkt	QB	7.7	k.A.	61°C
Fluoreszenz-koeffizient	QB	7.5	$\beta > 1,5 \text{ cd/W}$	$\beta = 2,3 \text{ cd/W}$
Fluoreszenz-stabilität	Q	7.5.1.3	bei Musterprüfung max. Abnahme von 5%	3% Anforderung erfüllt
Viskosität	QB	7.9 / ISO 3104	bei 20°C < 5 m Pa · s	1,6 mPa s Anforderung erfüllt
Mechanische Stabilität: Kurzzeittest	QB	7.10.	keine Abnahme der Empfindlichkeit nach dem Test	Anforderung erfüllt s. Foto Blatt 10 Gesamtlänge der beiden Anzeigen: 5,1 cm
Schäumverhalten	QB	7.11	keine signifikante Schaumbildung	Anforderung erfüllt
Lagerungsbeständigkeit	QB	7.13	Kontrolle des Herstellervermerks auf dem Prüfmittel	Vermerk vorhanden
Gehalt an Schwefel und Halogenen**	B Q sinnvoll	7.15	- Schwefelgehalt $< 200 \times 10^{-6}$ - Summe Halogenanteil (Cl/F) $< 200 \times 10^{-6}$ (ohne Verdpg.) (Entspricht jew. 0,02 Gew. %)	S: 0,004 Gew. % Cl: 0,001 Gew. % F: < 0,001 Gew. % Anforderungen erfüllt

* notwendig für Musterprüfung (Q), Chargenprüfung (B), Betriebsprüfung (P)

** für Prüfmittel, die gekennzeichnet sind mit „Niedriger Schwefel- und Halogengehalt“

*** Aufgrund von Untersuchungen hat sich gezeigt, dass geeignete Magnetpulver in einem niedrigerem Korngrößenbereich liegen können. Die Forderung $d_i \geq 1,5 \mu\text{m}$ kann als Grenzwert unterschritten werden. Dies gilt insbesondere für nicht fluoreszierende Prüfmittel.

**** Der in der Norm geforderte Vergleich der Anzeigefähigkeit mit einem Referenzprüfmittel ist zur Zeit nicht möglich, da ein solches Referenzprüfmittel nicht definiert ist. Daher wird eine Datenbank zum Vergleich marktüblicher Prüfmittel aufgebaut. Da bisher zu wenige Musterprüfungen durchgeführt wurden, sind noch keine statistisch abgesicherten Beurteilungen möglich.

Hannover, 06.07.06

Sachbearbeiter



Dipl.-Ing. H. Berger

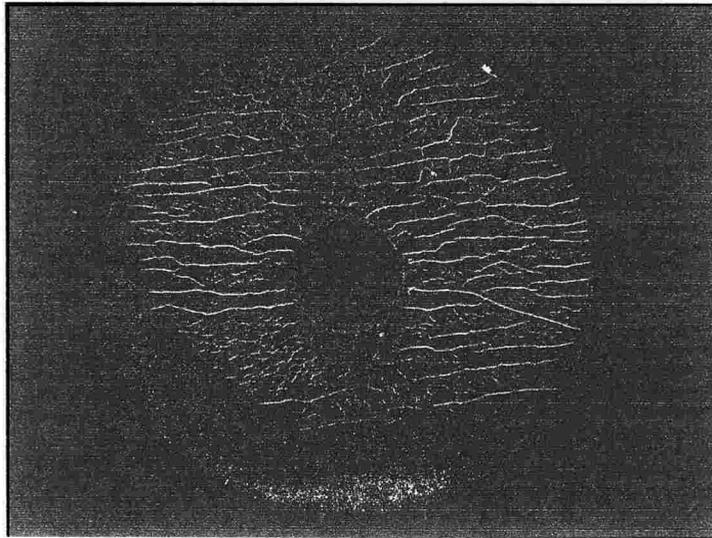


Abbildung 1: Original (Abbildung ist vergrößert)

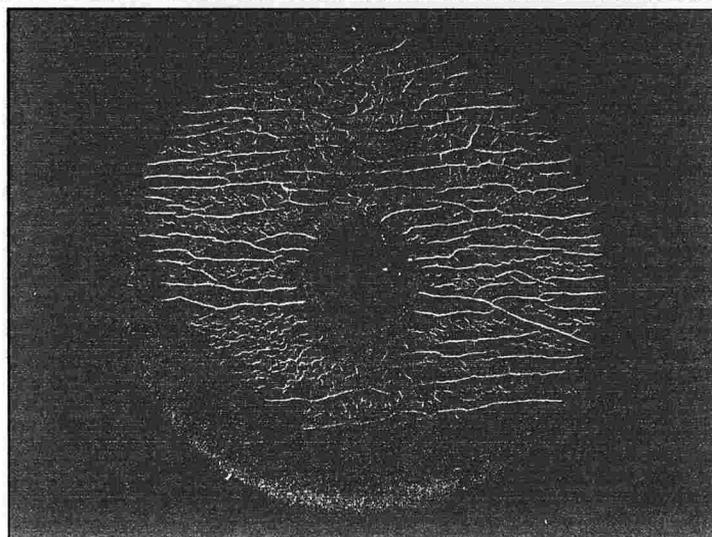


Abbildung 2: Kurzezeittest (Abbildung ist vergrößert)

Korrosive Bestandteile des Nassprüfmittel MPS-F, Charge 517 nach ASME Code, Section V, Article 6, T-641, July, 1st 2004:

Eindampfrückstand: (60 min bei 90–100 °C)	35,28 g (Ausgangsmenge: 50 g)	Anforderung nach ASME Code
Gehalt an Cl:	0,005 Gew.-%	Summe Cl und Fluor < 1,0 Gew.-%
Gehalt an S:	0,002 Gew.-%	< 1,0 Gew.-%
Gehalt an F:	< 0,001 Gew.-%	Summe Cl und Fluor < 1,0 Gew.-%

Hinsichtlich des Gehalts an korrosiven Bestandteilen erfüllen die untersuchten Prüfobjekte die Forderungen des o.g. ASME Codes.

Hannover, 06.07.06
Sachbearbeiter



Dipl.-Ing. H. Berger