



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107478645 B

(45)授权公告日 2020.02.28

(21)申请号 201710617511.1

(22)申请日 2017.07.26

(65)同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 107478645 A

(43)申请公布日 2017.12.15

(73)专利权人 广州工一环保新材料有限公司  
地址 510725 广东省广州市经济技术开发区  
蓝玉四街九号中国科协广州科技园  
5#楼707-710单元

(72)发明人 周志证 程从前 赵杰 赵登攀  
赖摇铃

(74)专利代理机构 广州嘉权专利商标事务所有  
限公司 44205  
代理人 林德强

(51)Int.Cl.

G01N 21/78(2006.01)

(56)对比文件

US 5756275 A,1998.05.26,  
US 5851749 A,1998.12.22,

审查员 范伟

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂  
的制备及应用

(57)摘要

本发明公开了一种不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂的制备及应用。一种不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂的制备方法,包括以下步骤:1)将非离子型纤维素醚溶解在60~100℃的水中,配成增稠剂溶液;2)在增稠剂溶液中加入邻菲罗啉显色剂和聚醚硅氧烷表面活性剂,搅拌混合,冷却至室温制成检测试剂原液,原液经检验和包装后,得到不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂。还公开了一种不锈钢表面铁素体污染显色的检测方法。本发明完善了邻菲罗啉法在实际应用过程中的不足,省略了滤纸材料,提高了检测效率,使得大面积检测成为可能,具有很高的实际应用意义。

1. 一种不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂的制备方法,其特征在于:包括以下步骤:

1) 将非离子型纤维素醚溶解在60~100℃的水中,配成增稠剂溶液;

2) 在增稠剂溶液中加入邻菲罗啉显色剂和聚醚硅氧烷表面活性剂,搅拌混合,冷却至室温制成检测试剂原液,原液经检验和包装后,得到不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂;邻菲罗啉显色剂、非离子型纤维素醚与聚醚硅氧烷表面活性剂的质量比为100:(1~10):

(0.1~0.5);所述聚醚硅氧烷表面活性剂为Tego245、Tego250、Tego260、Tego265、Tego270、Tego280、Tego500、Tego505中的至少一种。

2. 根据权利要求1所述的一种不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂的制备方法,其特征在于:非离子型纤维素醚为甲基纤维素醚、乙基纤维素醚、羟乙基纤维素醚、羟丙基纤维素醚、羟丁基纤维素醚、羟乙基甲基纤维素醚、羟丙基甲基纤维素醚、羟丁基甲基纤维素醚中的至少一种。

3. 根据权利要求1所述的一种不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂的制备方法,其特征在于:步骤2)的包装为普通密封包装或二元包装。

4. 一种不锈钢表面铁素体污染显色的检测方法,其特征在于:包括以下步骤:

1) 清洗被测的不锈钢材质表面;

2) 使用权利要求1~3任一项制备所得的不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂,喷涂在被测材质表面,使被测材质表面形成一层试剂溶液湿膜;

3) 观察试剂溶液湿膜的显色效果,根据湿膜是否显红色判断是否存在铁素体污染。

5. 根据权利要求4所述的一种不锈钢表面铁素体污染显色的检测方法,其特征在于:步骤2)中,当检测试剂为普通密封包装时,使用压缩空气经精密喷枪进行喷涂施工。

6. 根据权利要求4所述的一种不锈钢表面铁素体污染显色的检测方法,其特征在于:步骤2)中,当检测试剂为二元包装时,直接喷涂施工。

7. 根据权利要求5或6所述的一种不锈钢表面铁素体污染显色的检测方法,其特征在于:步骤2)中,喷涂装置与被测材质表面的施工距离为20~50cm。

8. 根据权利要求4所述的一种不锈钢表面铁素体污染显色的检测方法,其特征在于:步骤3)中,显色时间为3~300秒。

## 一种不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂的制备及应用

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂的制备及应用。

### 背景技术

[0002] 不锈钢因其良好的化学性能、物理机械性能、加工性能以及精美的外观金属质感，被广泛用于核能、化工、医药、食品、建筑、外观装饰等多个行业。不锈钢及其焊缝衔接处的铁素体污染是其材质应用普遍存在的现象。这种污染可以由多种因素产生，包括：加工过程、运输过程等与不同材质接触、环境杂质接触性腐蚀或污染等。这种污染会导致各种不理想后果，轻则出现锈点、锈迹影响美观，重则影响材质寿命，甚至会出现次生灾难性后果的隐患，尤其是应用于核电、化工等对材质质量要求近乎苛刻工程领域。

[0003] 目前，检测不锈钢表面铁素体污染的方法有很多，铁氰化钾-硝酸测试法、硫酸铜法、邻菲罗啉法最具有代表性。硫酸铜法的灵敏度不足；铁氰化钾-硝酸法亦即蓝点法有潜在的损伤基材隐患和试剂不稳定、潜在毒性等缺陷。为了克服蓝点法的缺陷，CN101825574A公开了一种用邻菲罗啉试剂来检测铁污染的方法，具有显色灵敏、快捷、使用简便，没有污染和表面无损的特点。该方法由于使用滤纸浸湿贴敷被测材质表面实现显色检测，实际检测过程中因滤纸浸渍难以有效铺展导致施工不便和难以大面积检测、铁污染定位检测精度不高等问题。为此，CN102279182A公开了一种基于邻菲罗啉显色液的检测膜实现了铁污染的定位和大面积检测，然而检测膜在长时间放置后因失水干化，难以检测复杂形状零部件表面的铁污染。如何在零部件表面快速形成具有高灵敏度的检测膜，以满足核电站和石油化工泵阀、管道、管架等复杂形状部件现场检测和质检管理的要求，成为显色试剂和相应检测方法研发的难点。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂的制备及应用。

[0005] 本发明所采取的技术方案是：

[0006] 一种不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂的制备方法，包括以下步骤：

[0007] 1) 将非离子型纤维素醚溶解在60~100℃的水中，配成增稠剂溶液；

[0008] 2) 在增稠剂溶液中加入邻菲罗啉显色剂和聚醚硅氧烷表面活性剂，搅拌混合，冷却至室温制成检测试剂原液，原液经检验和包装后，得到不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂；

[0009] 邻菲罗啉显色剂、非离子型纤维素醚与聚醚硅氧烷表面活性剂的质量比为100：(1~10)：(0.1~0.5)。

[0010] 非离子型纤维素醚为甲基纤维素醚、乙基纤维素醚、羟乙基纤维素醚、羟丙基纤维素醚、羟丁基纤维素醚、羟乙基甲基纤维素醚、羟丙基甲基纤维素醚、羟丁基甲基纤维素醚中的至少一种。

[0011] 聚醚硅氧烷表面活性剂为Tego245、Tego250、Tego260、Tego265、Tego270、

Tego280、Tego500、Tego505中的至少一种。

[0012] 制备方法步骤2)的包装为普通密封包装或二元包装。

[0013] 一种不锈钢表面铁素体污染显色的检测方法,包括以下步骤:

[0014] 1)清洗被测的不锈钢材质表面;

[0015] 2)使用上述制备所得的不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂,喷涂在被测材质表面,使被测材质表面形成一层试剂溶液湿膜;

[0016] 3)观察试剂溶液湿膜的显色效果,根据湿膜是否显红色判断是否存在铁素体污染。

[0017] 检测方法的步骤2)中,当检测试剂为普通密封包装时,使用压缩空气经精密喷枪进行喷涂施工。

[0018] 检测方法的步骤2)中,当检测试剂为二元包装时,直接喷涂施工。

[0019] 检测方法的步骤2)中,喷涂装置与被测材质表面的施工距离为20~50cm。

[0020] 检测方法的步骤3)中,显色时间为3~300秒。

[0021] 本发明的有益效果是:

[0022] 本发明完善了邻菲罗啉法在实际应用过程中的不足,省略了滤纸材料,提高了检测效率,使得大面积检测成为可能,具有很高的实际应用意义。

### 具体实施方式

[0023] 一种不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂的制备方法,包括以下步骤:

[0024] 1)将非离子型纤维素醚溶解在60~100℃的水中,配成增稠剂溶液;

[0025] 2)在增稠剂溶液中加入邻菲罗啉显色剂和聚醚硅氧烷表面活性剂,搅拌混合,冷却至室温制成检测试剂原液,原液经检验和包装后,得到不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂;

[0026] 邻菲罗啉显色剂、非离子型纤维素醚与聚醚硅氧烷表面活性剂的质量比为100:(1~10):(0.1~0.5)。

[0027] 优选的,非离子型纤维素醚为甲基纤维素醚、乙基纤维素醚、羟乙基纤维素醚、羟丙基纤维素醚、羟丁基纤维素醚、羟乙基甲基纤维素醚、羟丙基甲基纤维素醚、羟丁基甲基纤维素醚中的至少一种;进一步优选的,非离子型纤维素醚为羟乙基纤维素醚。本发明中非离子型纤维素醚为增稠剂。

[0028] 聚醚硅氧烷表面活性剂为Tego245、Tego250、Tego260、Tego265、Tego270、Tego280、Tego500、Tego505中的至少一种;进一步优选的,聚醚硅氧烷表面活性剂为Tego270。

[0029] 本发明采用的聚醚硅氧烷表面活性剂作为润湿剂,旨在试剂溶液对不锈钢基材表面的润湿和铺展,但是不能对颜色扩散有明显的促进作用。

[0030] 本发明所述的邻菲罗啉显色剂,为柠檬酸、柠檬酸钠、邻菲罗啉、还原剂(盐酸羟胺或抗坏血酸)组成的试剂,CN101825574A和CN102279182A等均公开了相关的组成以及搭配比例。

[0031] 优选的,制备方法步骤2)的包装为普通密封包装或二元包装。

[0032] 进一步的,所述的普通密封包装为常温常压下的密封包装。普通密封包装的包装

材料不含有铝、镁及其合金、碳钢或铸铁,可选自玻璃瓶,塑胶瓶等。普通密封包装的检测试剂,使用压缩空气经精密喷枪进行喷涂施工。

[0033] 进一步的,所述的二元包装为一压力罐中放入胶囊,胶囊内放检测试剂,胶囊口连接喷嘴,胶囊与压力罐之间充入压缩空气。二元包装压力罐的材料选自铝、镁及其合金、碳钢或铸铁等金属。二元包装凭借压缩空气对胶囊的压力,挤出检测试剂经过喷嘴雾化喷涂施工。

[0034] 一种不锈钢表面铁素体污染显色的检测方法,包括以下步骤:

[0035] 1) 清洗被测的不锈钢材质表面;

[0036] 2) 使用上述制备所得的不锈钢表面铁素体污染显色检测试剂,喷涂在被测材质表面,使被测材质表面形成一层试剂溶液湿膜;

[0037] 3) 观察试剂溶液湿膜的显色效果,根据湿膜是否显红色判断是否存在铁素体污染。

[0038] 检测方法的步骤2)中,根据检测试剂的包装形式分为两种施工方式:当检测试剂为普通密封包装时,使用压缩空气经精密喷枪进行喷涂施工;当检测试剂为二元包装时,直接喷涂施工。

[0039] 进一步的,当检测试剂为普通密封包装时,使用压缩空气经精密喷枪进行喷涂施工,为喷枪提供的气体最小压力为35psi。

[0040] 进一步的,当检测试剂为二元包装时,二元包装压缩空气的压力为100~120psi。

[0041] 优选的,检测方法的步骤2)中,喷涂装置与被测材质表面的施工距离为20~50cm,即精密喷枪或二元包装装置与被测材质表面的施工距离为20~50cm。

[0042] 优选的,检测方法的步骤3)中,显色时间为3~300秒;进一步优选的,检测方法的步骤3)中,显色时间为10~300秒。

[0043] 进一步的,检测方法的步骤3)中,若湿膜显红色则存在铁素体污染。

[0044] 以下通过具体的实施例对本发明的内容作进一步详细的说明。

[0045] 上述配方按照如下具体工艺过程配制出试剂溶液:

[0046] 1、在带有塑料搅拌装置的玻璃瓶中,加入适量的水;

[0047] 2、搅拌下逐渐升温至60~100℃;

[0048] 3、温度稳定后,搅拌下加入增稠剂,维持该温度直至增稠剂完全溶解;

[0049] 4、维持该温度,分别加入配方量的其他组分;

[0050] 5、边搅拌边降温至室温,质检合格后包装。

[0051] 上述合成的试剂溶液具有以下指标:

[0052] 1、对不锈钢基材有润湿性、铺展性;

[0053] 2、对铁素体有显色能力;

[0054] 3、对铁素体显色有定位不扩散效果;

[0055] 4、对雾化后的湿膜不具有流挂现象。

[0056] 使用上述试剂溶液进行不锈钢表面铁素体污染的方法步骤如下:

[0057] 1、用清洁水清洗被测材质表面,除去尘埃颗粒;如果有重油污也需要清理;试剂溶液本身具有清除轻微油污能力;

[0058] 2、对被检测基材表面施工,距离20~50cm,使得被检测基材表面有一层薄薄的均

匀的试剂溶液湿膜；

[0059] 3、静观试剂湿膜表面的显色效果,3~300秒显色；

[0060] 4、完成检测后,用湿布轻擦试剂溶液,然后用清水冲洗干净；清洗后的废水无毒、无污染,可以直接排放。

[0061] 下面结合实际应用示例说明本发明的内容。

[0062] 选用100\*100cm的316不锈钢板做基材,表面清洁无尘；铁素体用马口铁在316不锈钢表面划出痕迹制备。

[0063] 参见CN101825574A,做出两组邻菲罗啉试剂溶液,分别为对比例1和对比例2,其配方组成见下表1。本发明试剂溶液为实施例1,其配方组成也列于表1。三组试验每组均进行5个平行样板检测。三组喷涂检测试剂的施工方法一致,均为普通密封包装的检测试剂使用压缩空气经精密喷枪进行喷涂施工。此施工方法为本发明一个优选的示例。本发明的施工方法不仅限于喷枪喷涂施工,也可为二元包装进行施工,在此不作进一步的限定,可以根据实际情况选择不同的施工方式,均可实现本发明的检测效果。

[0064] 表1对比例和实施例的试验配方

序号	成分	对比例 1 (兼用滤纸) 单位: wt%	对比例 2 (兼用滤纸) 单位: wt%	实施例 1 单位: wt%
1	柠檬酸 ( $C_6H_6O_7 \cdot H_2O$ )	29.7	29.7	17.8
2	柠檬酸钠 ( $C_6H_6Na_7 \cdot 2H_2O$ )	59.9	59.9	35.9
3	盐酸羟胺 ( $HONH_3Cl$ )	8.7	-	5.3
[0065]	抗坏血酸 ( $C_6H_8O_6$ )	-	8.7	-
4	邻菲罗啉 ( $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ )	1.7	1.7	1.0
5	Tego270	-	-	0.1
6	羟乙基纤维素醚	-	-	5.0
7	蒸馏水	-	-	34.9
合计		100	100	100

[0066] 结果显示：

[0067] 对比例1:划痕出现红色痕迹,因为试剂溶液扩散,导致红色弥漫性扩散,难以定位颜色点；

[0068] 对比例2:划痕出现红色线状痕迹,颜色透过滤纸渗透出现,试剂稍慢,略有扩散,精准定位有难度；

[0069] 实施例1:划痕出现红色线状痕迹,清晰、稳定,颜色凝聚无扩散,显色灵敏、快捷,精准定位。

[0070] 本发明与现有技术相比,具有以下优点：

[0071] 1、试剂溶液粘稠化:保持邻菲罗啉试剂溶液pH值缓冲溶液前提下,粘稠化试剂,使得试剂显色具有凝聚性,有效防止扩散,保证污染点精准定位；

[0072] 2、试剂溶液的润湿铺展:由于试剂溶液表面张力偏大不容易在不锈钢表面润湿铺展,粘稠化后的试剂溶液雾化后不易形成均匀湿膜,加入表面活性剂解决了这个问题,又不

会对颜色弥漫性扩散有显著影响；

[0073] 3、提出使用压缩空气经精密喷枪喷涂或二元包装装置直接喷涂的施工方式，改进了滤纸贴敷的方法，节约滤纸，提高施工效率，同时实现了大面积检测。