

Forskrifter for prøvning af beholdere af plast

Dette kapitel er ikke en retlig forpligtende del af RID, men vejledende forskrifter.

Retningslinier ad 6.1.5.2.7 og 6.5.6.3.6

Laboratoriemetoder til anvendelse på prøvestykker af det til beholderen anvendte polyethylen til påvisning af den kemiske kompatibilitet i overensstemmelse med definitionen i 6.1.5.2.6 og 6.5.6.3.5 med de stoffer (stoffer, blandinger og præparater), der er fyldt i beholderen sammenlignet med standardvæsker efter 6.1.6.

Anvendelse af de nedenfor beskrevne laboratoriemetoder A til C gør det muligt at bestemme de mulige nedbrydningsprocesser af plasten, stammende fra det ifyldte stof, sammenlignet med standardvæsken.

Undersøgelsesmetoden vælges ud fra den nedbrydningsproces, der kan forventes.

I det omfang, det ikke følger af fremstillingsmåden, fastslås:

- blødgøring, forårsaget af opsvulmning (laboratoriemetode A),
- revnedannelse som følge af spændinger (laboratoriemetode B),
- oxidering eller nedbrydning af molekyler (laboratoriemetode C),

på plasten ved hjælp af laboratoriemetoderne og sættes i forhold til de dertil svarende standardvæsker, hvis virkninger viser analoge tendenser.

Der skal hertil altid anvendes prøvestykker af samme tykkelse som nævnt i de angivne tolerancenormer.

Laboratoriemetode A

Forøgelse af massen ved opsvulmning bestemmes på flade prøvestykker, der stammer fra det til beholderen anvendte materiale, og som lagres ved 40 °C i det tilladte fyldgods samt i den standardvæske, der skal sammenlignes med.

Den masseændring, der skyldes opsvulmning, findes ved vejning af prøvestykker med prøvetykkelse på mindst 2 mm, efter en reaktionstid på 4 uger, og ellers efter en reaktionstid, der er tilstrækkelig lang til, at massen forbliver konstant.

Prøven udføres altid 3 gange, og resultatet findes som middelværdi for 3 prøvninger. Prøvestykkerne må kun bruges en gang.

Laboratoriemetode B (indtrykning af dorn)

1. Kort beskrivelse

Ved hjælp af metoden med indtryk af en dorn undersøges det, hvorledes det til beholderen anvendte materiale af polyethylen med høj massefylde forholder sig til fyldgodset og den dertil hørende standardvæske, for så vidt denne opførsel kan blive påvirket af dannelsen af revner under spænding, med eller uden en samtidig opsvulmning på indtil 4%.

Med dette formål for øje forsynes prøvestykkerne med en boring og en kærve og forlagres først i det fyldgods, der skal undersøges, og i den dertil svarende standardvæske. Efter forlagringen trykkes en dorn med et fastlagt, større mål end boringens ind i boringen.

De således forberedte prøvestykker anbringes derefter i det fyldgods, der skal undersøges, samt i den dertil hørende standardvæske og udtages efter variable lagringsperioder. Derefter undersøges de for resttrækstyrke (fremgangsmåde 3.1) eller med henblik på at bestemme, hvor lang tid der går, inden de overrives (fremgangsmåde 3.2).

Ved sammenlignende måling med standardvæskerne "befugtningsopløsning", "eddikesyre", "n-butylacetatin-butylacetat-mættet befugtningsopløsning" eller "vand" fastslås, om beskadigelsesgraden med det fyldgods, der skal undersøges, er den samme, stærkere eller svagere.

2. Prøvestykker

2.1 Form og dimensioner

Prøvestykkernes form og anbefalede dimensioner fremgår af fig 1. For så vidt angår tykkelsen af prøvestykket, må afvigelsen ikke overstige $\pm 15\%$ i løbet af en måleserie.

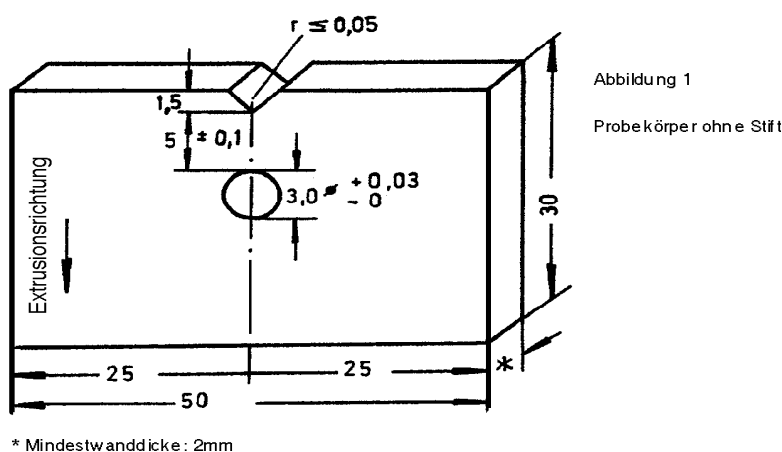
En måleserie omfatter det fyldgods, der skal undersøges, og den dertil hørende standardvæske.

Figur 1.

Probekörper ohne Stift = prøvestykke uden dorn

Extrusionsrichtung = Extrusionsretning

Mindestwanddicke = Mindste tykkelse af prøvestykket



2.2 Fremstilling

Prøvestykkerne til en måleserie kan udtages såvel af beholdere af samme konstruktionstype som af samme stykke ekstruderet halvfabrikata.

Hvis prøvestykkerne fremstilles ved udskæring, er den snitfladekvalitet, der opnås ved brug af en almindelig sav, tilstrækkelig. Grater, der opstår ved bearbejdning, skal dog fjernes fra den snitflade, hvori kærven senere skal anbringes. Kærven skal på prøvestykkerne placeres parallelt med ekstrusionsretningen.

I hvert prøvestykke skal der som vist i fig 1 bores et hul med en diameter på 3,0 mm (+ 0,03, - 0)

Derefter forsynes prøvestykkerne som vist i fig 1 med en spids kærve med en kærveradius på $\leq 0,05$ mm.

Afstanden mellem kærvebund og hulkant skal være 5 mm $\pm 0,1$ mm.

2.3 Antal prøvestykker

Til at bestemme resttrækstyrken efter 3.2 anvendes for hver lagringsperiode 10 prøvestykker. Under normale forhold arbejdes med mindst 5 lagerperioder.

Til at bestemme tiden inden overrivning af prøvestykkerne efter 3.3, skal der bruges i alt 15 prøvestykker.

2.4 Dorne

Målene på de 4 mm tykke dorne fremgår af fig 2.

a: Dorn til bestemmelse af resttrækstyrken

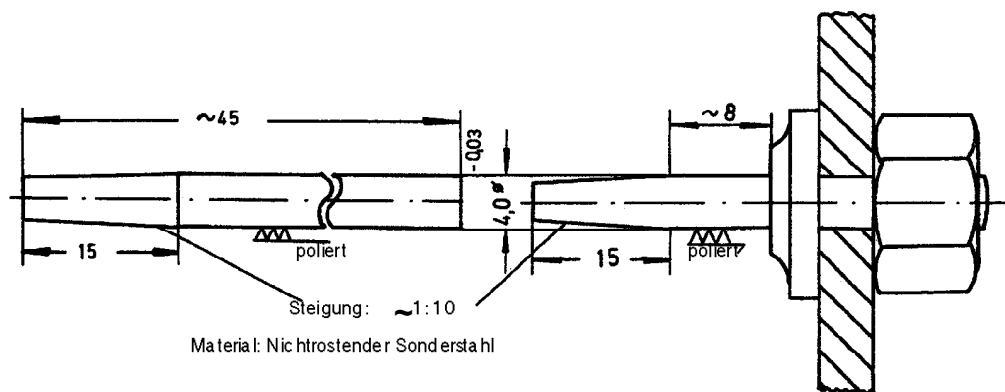
b: Dorn til bestemmelse af den tid, der går, inden prøvestykket rives over

Figur 2:

Materiale: Ikke rustende specialstål

Steigung = stigning

Poliert = poleret



Til materiale til dornen anvendes fortrinsvis rustfrit stål (f.eks. X 12 Cr Si 17).

Til stoffer, der angriber dette stål, anvendes dorne af glas.

3. Fremgangsmåde ved prøvningen og resultatvurdering

3.1 Forlagring af prøvestykkerne

Inden dornen indføres, skal prøvestykkerne have været forlagret 21 dage ved $40\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ i den væske, der skal undersøges, og i standardvæske. For så vidt angår standardvæske (c) i henhold til 6.1.6.1, sker forlagringen i n-butylacetat.

3.2 Fremgangsmåde ved fastlægning af resttrækstyrkekurven 3.2.1 Udførelse

Man indfører først den koniske og derefter den cylindriske del af dornen som vist i fig 2 i boringen i prøvestykkerne, idet man undgår, at der dannes glideflader i hulkanten.

De således forberedte prøver nedsænkes derefter i lagerbeholdere, der er fyldt med den væske, der skal prøves, og bragt på en temperatur på 40 °C . De lagres i et varmeskab ved $40\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$. Ved brug af standardvæske (c) sker denne prøvning i en befugtningsopløsning, iblandet 2% n-butylacetat.

Tidsrummet mellem indføring af dornen i prøvestykkerne og påbegyndelsen af lagringen i prøvewæsken skal fastsættes og fastholdes konstant for en måleserie.

Oplagringstiden til bestemmelse af den tids- og prøvewæske-afhængige dannelse af spændingsrevner skal vælges således, at det med rimelig sikkerhed er muligt at fastslå en klar differentiering mellem resttrækstyrkekurven for de prøvede standardvæsker og de dertil henførte fyldgodsarter.

Umiddelbart efter at prøvestykkerne er udtaget af lagerbeholderne, fjernes dornen fra dem, og de rengøres for rester af prøvewæsken.

Efter afkøling til stuetemperatur deles prøvestykkerne ved et savsnit parallelt på den side, hvor kærven er, gennem boringen. Til yderligere prøvning anvendes så kun disse prøvestykkedele med kærven.

Højest 8 timer efter, at disse prøvestykkedele med kærven er udtaget af prøvningsvæsken, anbringes de i en trækprøvemaskine med et uniaksialt træk med en bevægelsehastighed (den bevægede klemmes hastighed) på 20 mm/min, indtil de går itu. Maksimalkraften bestemmes derefter. Prøvning i trækforsøget sker ved stuetemperatur ($23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$) i henhold til ISO/R 527.

3.2.2 Resultatvurdering

Vurderingen til bestemmelse af prøvewæskens indflydelse omfatter bestemmelse af maksimalspændingen i de forlagrede, men uden indført dorn, prøvestykkedele som nulværdi og prøvens maksimalspænding efter lagerperioden ty ved $y \geq 5$ (dage). Efter omregning af disse maksimalspændinger for ty i % i forhold til nulværdien, indføres disse værdier i et diagram som vist i fig 3.

En sammenligning med de tilsvarende resttrækstyrkekurver fra målinger med standardvæske "befugtningsopløsning" eller "eddikesyre" eller "n-butylacetat/n-butylacetat-mættet befugtningsopløsning" eller "vand" viser så, om det undersøgte fyldgods udøver en stærkere, svagere eller slet ingen virkning på samme plast til beholdere (se fig 3).

Figur 3.

Spannungsrißprüfung (Stifteindrückmethode) = spændingsrevneprøvning (dorn indtrykningsmetode)

Füllgut = fyldgods

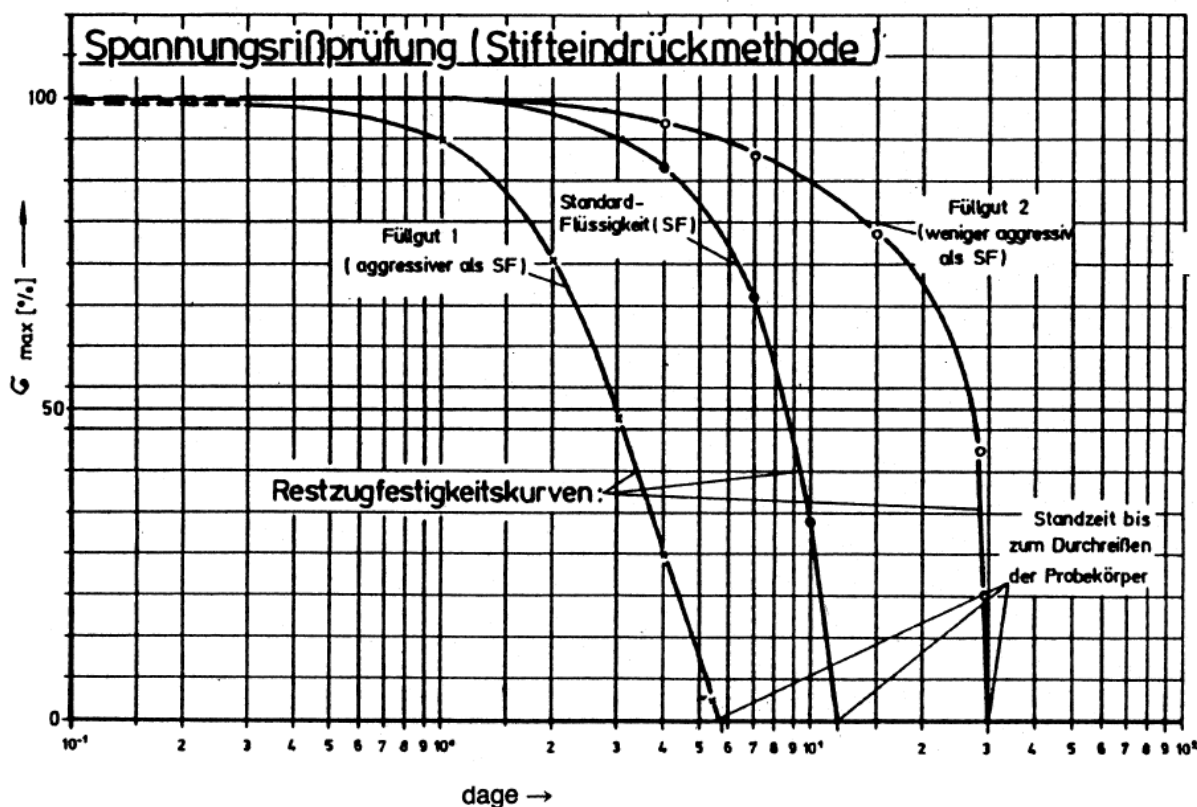
Standardflüssigkeit = standardvæske

Aggressiver = mere aggressivt

Weniger aggressiv als = mindre aggressivt end

Restzugfestigkeitskurven = resttrækstyrkekurver

Standzeit bis zum Durchreißen der Probekörper = tid indtil prøveemnerne revner



3.3 Fremgangsmåde til bestemmelse af den tid, der går, indtil prøvestykkerne gennemrives

3.3.1 Udførelse

15 prøvestykker bliver, hver for sig, og uden at der dannes glideflader, anbragt indtil anslag på 15 dorne efter fig 2b og anbragt i et glasier, der er fyldt med den pågældende prøvewæske og bragt på en temperatur på 40 °C.

Prøvetemperaturen holdes konstant ± 1 °C. Ved visuel iagttagelse konstateres gennemrivningen af prøvestykkerne for hver dorn. Revnen breder sig erfaringsmæssigt altid fra bunden af kærven til dornens overflade.

3.3.2 Resultatvurdering

Afgørende for vurderingen af resultatet er den tid TSF, der er gået indtil gennemrivning af 8 prøvestykker med standardvæsken. Det er ikke nødvendigt at afvente yderligere revnedannelse.

Vurderingen sker ved sammenligning med de med fyldgodset overrevne antat prøver. I løbet af det ovennævnte tidsrum TSF må der højst være tale om 8 overrevne prøver.

3.4 Forklaringer

Prøveparametrene "lagringstemperatur og "afstand mellem kærnbund og hulkant" er ved disse prøvningsfremgangsmåder valgt således, at der ved tilsvarende undersøgelser med standardvæskerne "befugtningsopløsning", "eddikesyre" og "n-butylacetat/n-butylacetat-mættet befugtningsopløsning" inden for en samlet prøvetid på ca 28 dage opnås relevante resultater. Til grund derfor lå et højmolekylært polyethylen med en tæthed på ca 0,952 g/cm³ og et smelteindeks (Melt Flow Rate 190 °C/21,6 kg belastning) på ca 2,0 g/10 min.

Da konklusionerne efter denne prøvningsforskrift altid skal være en relativ værdi, er det også muligt, hvis en kortere prøvningstid ønskes, at ændre ovennævnte prøvningsparametre inden for visse grænser. De skal da særskilt anføres i prøvningsrapporten.

4. Kriterier for et tilfredsstillende prøvningsresultat

4.1

Prøvningsresultatet efter laboratoriemetode A må ikke overstige 1% masseoptagelse ved opsvulmning, hvis man anvender standardvæske (a), befugtningsopløsning, og standardvæske (b), eddikesyre, til sammenligning.

Prøvningsresultatet efter laboratoriemetode A med det undersøgte fyldgods må ikke overstige masseoptagelsen ved opsvulmning med n-butylacetat (ca 4 %), hvis man anvender standardvæske (c), n-butylacetat/n-butylacetat-mættet befugtningsopløsning, til sammenligning.

4.2

Prøvningsresultatet efter laboratoriemetode B skal for det stof, der skal tillades, udvise det samme eller et længere tidsrum end det, den til sammenligning anvendte standardvæske udviser.

Laboratoriemetode C

Med henblik på at konstatere en mulig beskadigelse som følge af oxidering eller molekylær nedbrydning af den til beholderne anvendte plast af polyethylen med høj tæthed i overensstemmelse med 6.1.5.2.6 og 6.5.6.3.5 på grund af fyldgodset, bestemmes smelteindekset (Melt Flow Rate (MFR) 190 °C/21,6 kg belastning (Load) efter ISO 1133 - betingelse 7) på prøvestykker med en tykkelse, der svarer til konstruktionstypen, før og efter lagring af disse prøver i det fyldgods, der skal bedømmes.

Ved lagring af geometrisk ensartede prøver i standardvæske "salpetersyre 55%" efter 6.1.6.1, bogstav (e), og fastlægnings af smelteindeks, fastlægges, om beskadigelsesgraden for det fyldgods, der skal tillades, er svagere, lig med eller stærkere.

Lagring af prøverne skal ske ved 40 °C, indtil det er muligt at foretage en endelig bedømmelse, dog maksimalt i 42 dage.

Hvis det fyldgods, der ønskes tilladt, efter laboratoriemetode A samtidig bevirker en opsvulmning gennem masseoptagelse på $\geq 1\%$, skal der for ikke at forfalske måleresultatet, for målingen af smelteindekset foretages en "gentørring" af prøven med samtidig massekontrol, f eks lagring i et vakuumtørreskab ved 50 °C indtil konstant masse, som regel ikke over 7 dage.

Kriterium for et tilfredsstillende prøvningsresultat

Forhøjelsen af smelteindekset for det til beholderen benyttede plast, der skyldes det fyldgods, der ønskes tilladt, må efter denne bestemmelsesmetode ikke overstige den ved brug af standardvæske "salpetersyre 55%" bevirkede ændring inklusive en prøvemethodisk tolerancegrænse på 15%.