

DIN EN ISO 16101



ICS 13.300; 55.140

**Verpackung –
Verpackungen zur Beförderung gefährlicher Güter –
Verträglichkeitsprüfung für Kunststoffverpackungen (ISO 16101:2004);
Deutsche Fassung EN ISO 16101:2004**

Packaging –
Transport packaging for dangerous goods –
Plastics compatibility testing (ISO 16101:2004);
German version EN ISO 16101:2004

Emballages –
Emballages pour le transport des marchandises dangereuses –
Essais de compatibilité des matières plastiques (ISO 16101:2004);
Version allemande EN ISO 16101:2004

Gesamtumfang 94 Seiten

Normenausschuss Verpackungswesen (NAVp) im DIN
Normenausschuss Kunststoffe (FNK) im DIN

Nationales Vorwort

Der Text der EN ISO 16101 wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 261 „Verpackung“ (Sekretariat: Frankreich) in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 122 „Packaging“ (Sekretariat: Türkei) erarbeitet.

Die Mitarbeit des DIN in diesen Technischen Komitees wird über den Normenausschuss Verpackungswesen (NAVp) wahrgenommen.

An der Erstellung dieser Norm war seitens des DIN der folgende Arbeitsausschuss beteiligt:

NAVp-AA 1.6 „Gefahrgutverpackungen“

Deutsche Fassung

Verpackung - Verpackungen zur Beförderung gefährlicher Güter
– Verträglichkeitsprüfung für Kunststoffverpackungen
(ISO 16101:2004)

Packaging – Transport packaging for dangerous goods –
Plastics compatibility testing (ISO 16101:2004)

Emballages – Emballages pour le transport des
marchandises dangereuses – Essais de compatibilité des
matières plastiques (ISO 16101:2004)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 27. Februar 2004 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	6
4 Prüfanforderungen	6
5 Auswahl und Vorbereitung der Prüfmuster	8
6 Prüfeinrichtungen	10
7 Vorlagerungsverfahren	11
8 Prüfung auf Permeation	13
Anhang A (normativ) Standardflüssigkeiten und deren Anwendbarkeit auf Polyethylenarten	14
Anhang B (normativ) Prüfungen im Labormaßstab zur Bewertung von Füllgütern im Hinblick auf Standardflüssigkeiten	17
Anhang C (informativ) Assimilierung des Füllgutes mit den Standardflüssigkeiten	37
Literaturhinweise	92

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 16101:2004) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 261 „Verpackung“, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ISO/TC 122 „Packaging“ erarbeitet.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Dezember 2004, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2004 zurückgezogen werden.

Die Anhänge A und B sind normativ. Der Anhang C ist informativ.

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinien.

Diese Europäische Norm ist zur Inbezugnahme in das RID und/oder in die technischen Anhänge des ADR vorgelegt worden. Die in den normativen Verweisungen aufgeführten Normen, die Grundanforderungen des RID/ADR betreffen und die nicht in dieser Norm angesprochen werden, sind deshalb nur dann normativ, wenn diese Norm selbst im RID und/oder in den technischen Anhängen des ADR zitiert werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Diese Norm wurde entwickelt, um Anforderungen und Prüfverfahren bereitzustellen, so dass die in Folgendem aufgeführten Vorschriften für Kunststoffverpackungen für Flüssigkeiten hinsichtlich der Verträglichkeit erfüllt werden:

- das Europäische Übereinkommen über die internationale Beförderung gefährlicher Güter auf der Straße (ADR) (gültig für die meisten Länder Europas) [2] und
- die Ordnung für die internationale Eisenbahnbeförderung gefährlicher Güter (RID) (gültig für die meisten Länder Europas, Teile Nordafrikas und den Nahen Osten) [5].

Dieses Verfahren ist eine Alternative zu dem in den UN-Empfehlungen über die Beförderung gefährlicher Güter [1] aufgeführten Verfahren.

Der Werkstoff von Kunststoffverpackungen kann durch den chemischen Inhalt der Versandstücke angegriffen werden. Dies wird durch verschiedene Mechanismen, wie z. B. die Spannungsrissauslösung, den chemischen Abbau und das Anquellen, verursacht.

Die UN-Empfehlungen und die darauf aufbauenden verkehrswegspezifischen Vorschriften fordern, dass alle Verpackungen daraufhin überprüft werden, ob sie mit den darin zu befördernden Füllgütern verträglich sind. Der UN-Text bezieht sich insbesondere auf Kunststoffverpackungen für Flüssigkeiten. Das dort aufgeführte Verfahren enthält Einzelheiten zur Prüfung mit der zu befördernden Flüssigkeit für eine Dauer von 6 Monaten bei Umgebungstemperatur. Das RID/ADR lässt als Alternative die Verwendung der Standardflüssigkeiten zu, auf die in diesem Dokument Bezug genommen wird.

Diese UN-Empfehlungen haben Rechtskraft nicht nur für das ADR und das RID, sondern auch für:

- die technischen Anweisungen der Internationalen Zivilluftfahrtorganisation für die sichere Versendung von gefährlichen Gütern im Luftverkehr (ICAO-TI) (mit weltweiter Gültigkeit) [3] und
- den internationalen Code für die Beförderung von gefährlichen Gütern mit Seeschiffen (IMDG-Code) (mit weltweiter Gültigkeit) [4].

Diese beiden verkehrswegspezifischen Vorschriften beziehen sich nicht auf die Prüfungen mit Standardflüssigkeiten, sie können jedoch dennoch zulässig sein, da die UN-Vorschriften die 6-monatige Prüfung nicht zwingend vorschreiben.

Die Anwendung dieser Norm erfordert die Beachtung der Anforderungen dieser internationalen Übereinkommen und der entsprechenden nationalen Gesetzgebung [6] [7] für Inlandstransporte gefährlicher Güter.

Obwohl dies in den UN-Empfehlungen oder den verkehrswegspezifischen Vorschriften nicht ausdrücklich festgelegt ist, können diese Prüfungen, sofern es als angemessen angesehen wird, auch auf Innenverpackungen von zusammengesetzten Verpackungen angewandt werden. Allerdings ist in diesem Fall zu beachten, dass die Prüfungen mit Standardflüssigkeiten möglicherweise nicht für alle Arten von Kunststoffen anwendbar sind, da diese Verfahren ursprünglich nur für hochmolekulares hochdichtes Polyethylen (HMW HDPE) entwickelt wurden.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Internationalen Norm kann den Umgang mit gefährlichen Substanzen und Ausrüstungen einschließen. Diese Internationale Norm erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Internationalen Norm, geeignete Vorsichtsmaßnahmen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften vor der Anwendung zu bestimmen.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt die Anforderungen an und die Verfahren für die Verträglichkeitsprüfung von auf Polyethylenbasis hergestellten Kunststoffverpackungen und Kombinationsverpackungen mit Kunststoffinnenverpackungen fest, die für Flüssigkeiten vorgesehen sind. Die Prüfung schließt die Lagerung mit dem Füllgut oder mit einer Standardflüssigkeit, wie sie in Anhang A definiert wird, ein. Anhang B beschreibt Prüfungen im Labormaßstab, die für die Bestimmung der Assimilierung der zu befördernden Produkte mit den Standardflüssigkeiten verwendet werden können.

ANMERKUNG Diese Norm sollte in Verbindung mit einer oder mehreren der internationalen Vorschriften, die in den Literaturhinweisen genannt sind, angewandt werden.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

EN ISO 291, *Kunststoffe — Normalklimate für Konditionierung und Prüfung (ISO 291:1997)*.

EN ISO 527-2, *Kunststoffe — Bestimmung der Zugeigenschaften — Teil 2: Prüfbedingungen für Form- und Extrusionsmassen (ISO 527-2:1993)*.

EN ISO 1133, *Kunststoffe — Bestimmung der Schmelze-Massefließrate (MFR) und der Schmelze-Volumenfließrate (MVR) von Thermoplasten (ISO 1133:1997)*.

EN ISO 1183-1, *Kunststoffe — Verfahren zur Bestimmung der Dichte von nicht verschäumten Kunststoffen — Teil 1: Eintauchverfahren, Verfahren mit Flüssigkeitspyknometer und Titrationsverfahren (ISO/DIS 1183-1:2000)*.

EN ISO 1628-3, *Kunststoffe — Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung unter Verwendung von Kapillarviskosimetern — Teil 3: Polyethylen und Polypropylen (ISO 1628-3:2001)*.

EN ISO 1872-2, *Kunststoffe — Polyethylen(PE)-Formmassen — Teil 2: Herstellung von Probekörpern und Bestimmung von Eigenschaften (ISO 1872-2:1997)*.

EN ISO 2818, *Kunststoffe — Herstellung von Probekörpern durch mechanische Bearbeitung (ISO 2818:1994)*.

EN ISO 11403-3, *Kunststoffe — Ermittlung und Darstellung vergleichbarer Vielpunkt-Kennwerte — Teil 3: Umgebungseinflüsse auf Eigenschaften (ISO 11403-3:1999)*.

EN ISO 11542-2:1998, *Kunststoffe — Ultrahochmolekulare Polyethylen(PE-UHMW)-Formmassen — Teil 2: Herstellung von Probekörpern und Bestimmung von Eigenschaften (ISO 11542-2:1998)*.

EN ISO 16104:2003, *Verpackung — Verpackungen zur Beförderung gefährlicher Güter — Prüfverfahren (ISO 16104:2002)*.

EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:1999)*.

ISO 16770, *Plastics — Determination of environmental stress crack (ESC) of polyethylene (PE) — Full Notch Creep Test (FNCT)*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm gelten die folgenden Begriffe.

3.1 zuständige Behörde
jede nationale Aufsichtsstelle oder –behörde, die für jegliche mit den in den Literaturhinweisen festgelegten Vorschriften im Zusammenhang stehende Zwecke bestimmt oder auf andere Weise zu diesem Zweck anerkannt ist

3.2 Kunststoffverpackungen
Fässer, Kanister und Kombinationsverpackungen mit Kunststoffinnengefäß, hergestellt aus bestimmten Arten von Kunststoffen

ANMERKUNG Bestimmte Arten von Polyethylen sind in **A.3** aufgeführt.

3.3 Füllgut (chemisches Produkt)
gefährliche Flüssigkeit, mit der die Verpackung zum Zwecke der Beförderung befüllt werden soll

ANMERKUNG Verpackungen, die für feste Füllgüter benutzt werden, die bei während der Beförderung auftretenden Temperaturen flüssig werden können, sollten ebenfalls die Anforderungen an Verpackungen für Flüssigkeiten erfüllen.

3.4 Standardflüssigkeiten
festgelegte Flüssigkeiten, die in ihren Auswirkungen für eine bestimmte Art der Wechselwirkung zwischen dem Füllgut und der Kunststoffverpackung repräsentativ sind

ANMERKUNG Eine vollständige Beschreibung der Standardflüssigkeiten ist in **A.2** zu finden.

4 Prüfanforderungen

4.1 Allgemeines

Die nach Abschnitt 5 ausgewählten Kunststoffverpackungen sind mit dem Füllgut oder mit einer Standardflüssigkeit, mit der dieses Füllgut zu assimilieren ist, vorzulagern. Anhang C enthält eine Liste der Stoffe, die den Standardflüssigkeiten zugeordnet sind.

Für andere Chemikalien, die nicht in Anhang C aufgelistet sind, müssen die Prüfungen im Labormaßstab (siehe Anhang B) benutzt werden, um ihre Assimilierung mit den Standardflüssigkeiten nachzuweisen. Die gewählte Standardflüssigkeit muss mindestens ebenso aggressiv wie der zu befördernde Stoff sein. Sofern das zu befördernde Füllgut nicht mit einer der Standardflüssigkeiten assimiliert werden kann, ist das Füllgut selbst zu benutzen und dessen Spezifikation aufzuzeichnen. Für den Fall, dass das Füllgut aggressiver als die Standardflüssigkeiten wirkt, ist das sechsmonatige Verfahren nach **7.2** anzuwenden; alternativ, und mit Ausnahme von Salpetersäure >55 %, kann das beschleunigte Verfahren nach **7.3** angewendet werden.

ANMERKUNG Wenn es sich bei der Standardflüssigkeit um Wasser handelt, ist der Nachweis der chemischen Verträglichkeit nicht gefordert.

4.2 Vorlagerung

Kunststoffverpackungen sind nach Abschnitt 7 dieser Norm vorzulagern.

4.3 Untersuchung nach der Vorlagerung

Nach Abschluss der Vorlagerungsdauer sind die Verpackungen auf Undichtheit hin zu untersuchen. Sofern keine Undichtheit erkennbar ist, sind innerhalb von 21 Tagen nach Ende der Vorlagerungsdauer die Prüfungen nach Abschnitt 7 der EN ISO 16104:2003 zu beginnen (siehe 7.4).

4.4 Fallversuch

Bei Prüfung nach 7.1 der EN ISO 16104:2003 gilt für die Kunststoffverpackung:

- a) sie muss dicht sein, nachdem es im Moment des Aufpralles zu einem geringfügigen Austreten kommen kann und nachdem der Ausgleich zwischen dem inneren und dem äußeren Druck hergestellt worden ist (mit Ausnahme von Innenverpackungen von zusammengesetzten Verpackungen, bei denen dieser Druckausgleich nicht notwendig ist);
- b) sie darf keine Beschädigungen aufweisen, die die Sicherheit während der Beförderung beeinträchtigen, z. B. wenn die Verpackung nicht ohne das Auftreten von Undichtheit benutzt werden kann.

4.5 Stapeldruckprüfung

Bei Prüfung nach 7.2 der EN ISO 16104:2003 darf die Verpackung:

- a) keine Anzeichen von Undichtheit zeigen;
- b) keine Beschädigungen aufweisen, die die Sicherheit der Beförderung beeinträchtigen können, und keine Verformungen, die ihre Festigkeit oder Standfestigkeit mindern können, wenn die Versandstücke gestapelt werden.

4.6 Dichtheitsprüfung

Bei Prüfung nach 7.3 der EN ISO 16104:2003 müssen die Kunststoffverpackungen dicht sein.

4.7 Hydraulische Innendruckprüfung

Bei Prüfung nach 7.4 der EN ISO 16104:2003 müssen die Kunststoffverpackungen dicht sein.

4.8 Prüfung auf Permeation

Mit Ausnahme von Kombinationsverpackungen mit einem Kunststoffgefäß und einem Fass aus Stahl darf bei Prüfung nach Abschnitt 8 dieser Norm die Permeation von Kunststoffverpackungen 0,008 g/l je h nicht überschreiten.

4.9 Gleichwertige Prüfungen

Die in dieser Norm beschriebenen Prüfverfahren sind als Referenzprüfverfahren anzusehen.

ANMERKUNG Um die Übereinstimmung mit den entsprechenden Vorschriften nachzuweisen, dürfen alternative Verfahren angewendet werden, vorausgesetzt:

- ihre Gleichwertigkeit mit dem Referenzprüfverfahren kann nachgewiesen werden;
- ihre Anwendung ist im Prüfbericht angegeben;
- es wurde zuvor die Genehmigung der zuständigen Behörde eingeholt.

4.10 Prüfbericht

Alle Verpackungsprüfungen, die nach dieser Norm durchgeführt werden, sind in einem Prüfbericht zu dokumentieren, der entsprechend Anhang E der EN ISO 16104:2003 zu erstellen ist. Es muss möglich sein, die jeweiligen Verpackungen mit Hilfe der Prüfberichte zu identifizieren, entweder durch die Archivierung unverwechselbar nummerierter Prüfkörper oder durch Beifügen ausreichender Fotografien und/oder Zeichnungen mit unverwechselbaren Verweisungen.

5 Auswahl und Vorbereitung der Prüfmuster

5.1 Auswahl der Prüfmuster

Für jede zu untersuchende Chemikalie sind mindestens 15 Muster jeder Bauart (oder 18 im Falle der Anforderung, die Prüfungen nach Abschnitt 8 durchzuführen) nach dem Zufallsprinzip aus der normalen Produktion auszuwählen und für die Prüfung bereitzustellen.

ANMERKUNG 1 Bei kistenförmigen Kombinationsverpackungen kann eine andere Anzahl von Mustern, 14 oder 17, gefordert sein.

Die Prüfmuster müssen:

- a) mindestens 48 Stunden alt sein;
- b) mit einer Prüfbezugsnummer gekennzeichnet werden, die auch in der Dokumentation der Prüfung – und später im Prüfbericht – anzugeben ist;
- c) einzeln gewogen werden, um die Netto-/Taramasse oder die Gesamtmasse (gefüllt) festzustellen;

ANMERKUNG 2 Die Form dieser Wägung kann variiert werden, je nachdem, ob die Prüfmuster voll oder leer zur Prüfstelle angeliefert worden sind. Wenn die Massen einzelner leerer Verpackungen aufgezeichnet werden, ist es ausreichend, wenn nur eine typische Gesamtmasse (gefüllte Verpackung) aufgezeichnet wird (und umgekehrt).

- d) auf Schäden usw. untersucht werden, die die Prüfung ungültig machen könnten.

ANMERKUNG 3 Die unten beschriebenen Prüfungen sollten für jede Bauart einer Verpackung und für jeden Typ und jede Sorte eines Polymers durchgeführt werden.

ANMERKUNG 4 Für das Verfahren des beschränkten Prüfumfanges siehe EN ISO 16104:2003, Anhang F.

ANMERKUNG 5 Im Hinblick auf die Prüfung mit einer reduzierten Zahl von Prüfmustern, siehe EN ISO 16104:2003, 4.1, Anmerkung.

5.2 Mit den Prüfmustern bereitzustellende Informationen

Für jeden Verpackungstyp sind die Spezifikation(en) für diese Bauart (in einem geeigneten Format, wie dies im Anhang G der EN ISO 16104:2003 angegeben ist) und, soweit zutreffend, die nachstehenden zusätzlichen Informationen bereitzustellen.

Der Verwender der Verpackung muss (gegebenenfalls mit der Hilfestellung des Verpackungsherstellers und der Prüfstelle) das Füllgut identifizieren. In erster Linie ist hierbei die Identifizierung der betroffenen Kunststoffe und ihrer möglichen Wechselwirkungen, wie Anquellen, Spannungsrissauslösung oder molekularer Abbau, zu nennen.

ANMERKUNG 1 Die Spezifikationsformulare für Kunststoffverpackungen sollten den Werkstoff nach Polymertyp und -sorte identifizieren.

ANMERKUNG 2 Wenn die Prüfungen mit dem Füllgut durchgeführt werden, kann der Prüfbericht gegebenenfalls auch auf andere Stoffe mit gleicher oder geringerer chemischer Wirkung anwendbar sein.

5.3 Befüllen der Prüfmuster vor der Prüfung

5.3.1 Bestimmung der Überlaufvolumens

Eine für Flüssigkeiten vorgesehene Verpackung ist zu mindestens 98 % ihres Überlaufvolumens zu befüllen. Das Überlaufvolumen wird beispielsweise durch:

- Wägung der leeren Verpackung einschließlich der Verschlüsse (Leermasse = m kg) und
- Wägung der befüllten Verpackung (Masse der bis zum Überlauf befüllten Verpackung = W kg) festgestellt.

Hierzu wird die Verpackung so lange mit Wasser befüllt, bis sie beginnt überzulaufen, dann werden die Verschlüsse geschlossen und alles überschüssige Wasser abgewischt. Manipulationen, wie z. B. das Neigen oder Beklopfen der Verpackung, die es dem Wasser ermöglichen würden, in hohle Handgriffe oder andere Bereiche oberhalb des Verschlusses einzudringen, sind unzulässig.

$$b = \frac{W - m}{d}$$

Dabei ist

- b das Überlaufvolumen, in Liter;
- W die Masse der Verpackung bei Befüllung mit Wasser bis zum Überlauf, in Kilogramm (kg);
- m die Masse der leeren Verpackung, in Kilogramm (kg);
- d die Dichte des Wassers (1,0 kg/l).

ANMERKUNG Sofern das Überlaufvolumen bereits durch Prüfung nach EN ISO 16104:2003 bestimmt wurde, ist dieses Verfahren nicht erforderlich.

5.3.2 Befüllen der Prüfmuster

Die Prüfmuster sind wie folgt zu befüllen:

- a) Die Prüfmuster sind zu mindestens 98 % des Überlaufvolumens zu befüllen (siehe 5.3.1).
- b) Bei der Befüllung der Prüfmuster sind für mindestens eine Verpackung das Überlaufvolumen und die Füllhöhe entsprechend c) zu bestimmen. Die weiteren Prüfmuster dieser Bauart können unter Zuhilfenahme eines Tauchstockes befüllt werden, der am ersten Prüfmuster kalibriert wurde, oder im Fall von kleinen Verpackungen durch Wägung oder Messung des Volumens. Wenn Prüfmuster durch Wägung mit einer anderen Flüssigkeit als Wasser (z. B. mit einer Frostschutzlösung) befüllt werden, muss die Dichte dieses Mediums beachtet werden, um das korrekte Füllvolumen (≥ 98 %) zu erhalten. Es ist die Gesamtmasse der leeren Verpackung einschließlich ihrer Verschlüsse zu bestimmen. Dies erleichtert die Berechnung der Stapellast.
- c) Für die Berechnung des erforderlichen Volumens für die Prüfung ist folgende Gleichung zu verwenden:

$$C = \frac{(W - m) \times 98}{100d}$$

Dabei ist

- C das erforderliche Wasservolumen, in Liter (l);
- W die Masse der Verpackung bei Befüllung mit Wasser bis zum Überlauf, in Kilogramm (kg);
- m die Masse der leeren Verpackung, in Kilogramm (kg);
- d die relative Dichte des Wassers (1,0 kg/l).

5.4 Verschluss der Verpackungen

Schraubverschlüsse sind, sofern zutreffend, mit dem vom Auftraggeber empfohlenen Anzugsdrehmoment, das im Prüfbericht anzugeben ist, zu verschließen.

Das Anzugsdrehmoment darf im Prüfbericht nicht von Prüfung zu Prüfung variieren. Wenn es als Folge eines Versagens bei einer Prüfung erforderlich ist, das Anzugsdrehmoment zu ändern, so sind alle Prüfungen mit diesem neuen Wert des Anzugsdrehmomentes durchzuführen.

Sämtliche Prüfungen für eine bestimmte Flüssigkeit sind bei demselben Anzugsdrehmoment auszuführen.

ANMERKUNG 1 Das Anzugsdrehmoment kann bei verschiedenen Dichtungen variieren.

ANMERKUNG 2 Es ist nicht erforderlich, dass das festgelegte Anzugsdrehmoment während der Vorlagerung aufgebracht wird, wenn dies das nachfolgende Verhalten der Dichtung bei der Verpackungsprüfung beeinflusst.

Sofern belüftete Verschlüsse an der Verpackung vorgesehen sind, müssen diese für die Prüfung angebracht werden. Mit belüfteten Verschlüssen versehene Verpackungen müssen nach dem Verschließen umgedreht und 5 Minuten auf eine mögliche Undichtheit hin kontrolliert werden. Eine Undichtheit des Verschlusses ist als Versagen zu werten. Ein alternatives Prüfverfahren zu diesem Umdrehen ist auf Bild 1 unter 7.1 dargestellt.

6 Prüfeinrichtungen

6.1 Allgemeine Anforderungen

Die Prüfungen sind von einer Prüfeinrichtung durchzuführen, die in der Lage ist, die betrieblichen Anforderungen der EN ISO/IEC 17025 zu erfüllen.

ANMERKUNG 1 Dies bedeutet nicht, dass das Prüflaboratorium durch eine dritte Stelle zertifiziert oder akkreditiert sein muss; gegebenenfalls kann eine solche Zulassung durch eine externe Stelle entweder von einer nationalen Akkreditierungsstelle oder der zuständigen Behörde eingeholt werden.

ANMERKUNG 2 Das Prüfpersonal sollte mit den Grundsätzen der Gefahrgutvorschriften, wie sie in den UN-Empfehlungen festgelegt sind, vertraut sein.

6.2 Genauigkeit der Messausrüstung

Die Genauigkeit der Messausrüstung muss besser als die in 6.3 festgelegte Genauigkeit der Messungen bei der Prüfung sein, es sei denn, dass von der zuständigen Behörde etwas anderes genehmigt wurde. Die Messausrüstung ist entsprechend den zutreffenden Vorschriften der EN ISO/IEC 17025 zu kalibrieren.

6.3 Genauigkeit der Messungen bei der Prüfung

Die Messausrüstung ist so auszuwählen, dass die Toleranzen der einzelnen Messergebnisse, einschließlich der Ablese- und Kalibrierfehler, die folgenden Werte nicht überschreiten:

Masse in Kilogramm (kg):	$\pm 2 \%$
Druck in Kilopascal (kPa):	$\pm 3 \%$
Entfernung/Länge in Millimeter (mm):	$\pm 2 \%$
Temperatur in Grad Celsius ($^{\circ}\text{C}$):	$\pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$
Feuchtigkeit in Prozent (%):	Toleranzen entsprechend den Festlegungen für die einzelnen Prüfverfahren
Zeit in Minuten (min):	$\pm 3 \%$
Anzugsdrehmoment in Newtonmeter (Nm):	$\pm 3 \text{ Nm}$ oder 10% , je nachdem, welcher Wert größer ist.

ANMERKUNG Bei einigen Messungen dürfen die Toleranzen kleiner gewählt werden, um sinnvolle Ergebnisse zu erhalten, z. B. bei der Messung der Massen oder der Maße der leeren Verpackungen.

Wenn im Text nur Höchst- oder nur Mindestwerte festgelegt sind, sind die Toleranzen nur einseitig, z. B. darf unter 7.3 die Vorlagerungstemperatur 40 °C überschreiten, jedoch nicht darunter liegen.

6.4 Klimabedingungen

Um die Anforderungen nach Tabelle 1 der EN ISO 16104:2003 zu erfüllen, müssen geeignete Klimaeinrichtungen benutzt werden.

6.5 Aufprallflächen für Fallversuche

Das Aufprallgebiet für Fallversuche muss horizontal und eben sein, eine ausreichende Masse haben, um unbeweglich zu sein, steif genug sein, um sich unter Prüfbedingungen nicht zu verformen, und ausreichend groß sein, um sicherzustellen, dass die Prüfmuster vollständig auf der Aufprallfläche auftreffen.

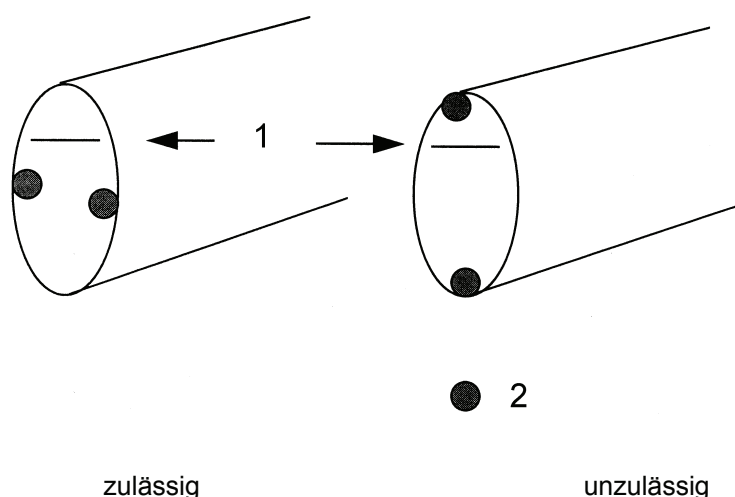
7 Vorlagerungsverfahren

7.1 Allgemeines

Nach dem Befüllen für die Prüfmuster (sofern sie nicht mit einem belüfteten Verschluss versehen sind, siehe nachfolgender Text) 24 h umzudrehen und dann wieder in die normale Position zu bringen. Für die letzten 24 h der unter 7.2 und 7.3 festgelegten Vorlagerungsdauer sind die Prüfmuster erneut umzudrehen.

Verpackungen mit belüfteten Verschlüssen sind nach dem Befüllen für 5 min umzudrehen und dann wieder in ihre normale Position zurückzustellen. Am Ende der Vorlagerungsdauer sind die Verpackungen erneut für 5 min umzudrehen.

ANMERKUNG Als Alternative zu einem vollständigen Umdrehen können die Verpackungen auch auf die Seite gelegt werden, und zwar so, dass alle Verschlüsse unter dem Flüssigkeitsspiegel des zu prüfenden Füllgutes liegen (siehe Bild 1).



Legende

- 1 Flüssigkeitsspiegel
- 2 Verschluss

Bild 1 — Darstellung zur Erläuterung des alternativen Umdrehverfahrens

7.2 Sechsmonatige Vorlagerung bei Umgebungstemperatur

Diese Prüfung ist für die Dauer von 6 Monaten bei Umgebungstemperatur durchzuführen.

Für die Anwendung dieser Norm ist als Umgebungstemperatur, die zu überwachen und aufzuzeichnen ist, mindestens 15 °C zu beachten.

ANMERKUNG Die zuständige Behörde kann allerdings für Temperaturen unter 15 °C eine verlängerte Prüfzeit zulassen.

7.3 Beschleunigte Vorlagerung

Hierbei sind die Prüfmuster mit jeder geforderten Standardflüssigkeit 21 Tage bei einer Temperatur von mindestens 40 °C vorzulagern.

Dieses Verfahren muss für die Polyethylenarten, die in **A.3.1** und **A.3.2** definiert sind, angewandt werden. Für andere Polyethylenarten, z. B. die in **A.3.3** und **A.3.4** definierten, ist die Genehmigung der zuständigen Behörde einzuholen.

7.4 Verfahrensweisen nach Abschluss der Vorlagerung

Nach Abschluss der Vorlagerung sind alle Prüfmuster, mit Ausnahme derjenigen, die für die Stapeldruckprüfung vorgesehen sind, zu leeren, zu spülen, auf Schäden zu untersuchen und für die Prüfungen entsprechend den Prüfverfahren für Kunststoffverpackungen für Flüssigkeiten (EN ISO 16104) vorzubereiten. Die Prüfungen müssen innerhalb von 21 Tagen nach dem Ende der Vorlagerungsdauer beginnen. Wenn sie geleert sind, müssen die Verpackungen bis zum Beginn der Prüfungen geschlossen gehalten werden.

Verpackungen, die mit der Standardflüssigkeit n-Butylacetat vorgelagert wurden, sind zu entleeren und für die Stapeldruckprüfung mit einer Mischung aus 1%iger bis 10%iger wässriger Netzmittellösung mit 2 % n-Butylacetat neu zu befüllen.

ANMERKUNG 1 Sofern die Verschlusselemente (z. B. durch Hitze oder Induktion aufgebrachte Siegel) zerstört werden müssten, um die Verpackung nach der Vorlagerung zu entleeren, sollten die Verpackungen durch eine zusätzliche Öffnung entleert werden, die in die Verpackung zu bohren ist. Solche Öffnungen sollten die Ergebnisse der anderen Prüfungen (Fallversuch, hydraulische Innendruckprüfung und Dichtheitsprüfung) nicht beeinträchtigen.

ANMERKUNG 2 Diese Regel gilt nicht für Kombinationsverpackungen, deren nicht aus Kunststoff bestehende Außenverpackung der Stapellast standhält, z. B. Außenverpackungen aus Stahl.

ANMERKUNG 3 Bei Stoffen, die bei 40 °C eine Gefahr darstellen, kann es erforderlich sein, das Füllgut durch einen anderen Stoff zu ersetzen, für das mindestens dieselbe chemische Wechselwirkung nachgewiesen wurde und das Einverständnis der zuständigen Behörde eingeholt wurde.

Für die restlichen Prüfungen sind dieselben Verschlüsse und Dichtungen zu verwenden wie für die Vorlagerung der Verpackungen, d. h., dass Dichtungen und Verschlüsse nicht ausgetauscht werden dürfen.

7.5 Wiederverwendung von Standardflüssigkeiten

Die Standardflüssigkeiten sind regelmäßig nach den Angaben in Tabelle 1 zu überprüfen, da ihre Wirksamkeit im Verlauf der Zeit nachgelassen haben kann.

Tabelle 1 — Wiederverwendung von Standardflüssigkeiten

Standardflüssigkeit	Spezifikation
Netzmittellösung	Für jede Prüfung ist ein neuer Ansatz zu verwenden oder die Oberflächenspannung zu prüfen (siehe Anhang A)
Essigsäure	Konzentration 99 % $\pm$ 1 %
n-Butylacetat	$\geq$ 98 % ^a
Kohlenwasserstoffgemisch	16 % bis 21 % Aromatenanteil ^a
Salpetersäure	Konzentration $\geq$ 55 %
^a Es wird empfohlen, die durch diese Standardflüssigkeiten verursachte Absorption regelmäßig nach B.4.1 mit einem Kontrollprüfkörper aus Polyethylen mit definiertem Typ und definierter Sorte zu überprüfen. Die verwendete Standardflüssigkeit ist nicht mehr gebrauchstauglich, wenn die festgestellte Absorption um mehr als 5 % von dem ursprünglich ermittelten Wert abweicht.	

Um die Qualität der Standardflüssigkeiten zu überwachen, sind Prüfungen mit geeigneten Hilfsmitteln in Abständen, die der Häufigkeit der Verwendung entsprechen, durchzuführen.

8 Prüfung auf Permeation

8.1 Anwendbarkeit

Diese Prüfung ist nur für Verpackungen für Benzen, Toluol, Xylen oder Mischungen und Zubereitungen erforderlich, die diese Stoffe enthalten.

8.2 Vorbereitung der Prüfung

Es sind drei Verpackungen nach **7.2** dieser Norm – für das ursprüngliche Füllgut – oder nach **7.3** dieser Norm – für die Standardflüssigkeit Kohlenwasserstoffgemisch (White Spirit/Testbenzin) – vorzulagern.

8.3 Durchführung

Die Prüfmuster sind mit dem Füllgut oder der Standardflüssigkeit Kohlenwasserstoffgemisch (White Spirit) zu befüllen sowie vor und nach der Lagerung zu wiegen, wobei die Lagerung 28 Tage dauert und bei 23 °C und einer relativen Luftfeuchte von 50 % erfolgt.

ANMERKUNG Gleichwertiges Verfahren bei 40 °C — Diese Prüfung darf mit dem beschleunigten Vorlagerungsverfahren nach 7.3 und mit der Standardflüssigkeit Kohlenwasserstoffgemisch (White Spirit) durchgeführt werden.

Anhang A (normativ)

Standardflüssigkeiten und deren Anwendbarkeit auf Polyethylenarten

A.1 Einleitung

Das System der Standardflüssigkeiten ist für die Untersuchung der Verträglichkeit von hochmolekularem hochdichtem Polyethylen entwickelt worden, kann aber auch auf mittelmolekulares Polyethylen angewandt werden sowie auf Verpackungen, die aus diesen Polyethylenarten hergestellt sind und deren Oberfläche bzw. Oberflächen fluoriert worden ist/sind.

ANMERKUNG Sofern Verschlüsse und Verschlüsselemente aus anderen Werkstoffen als denjenigen, die in **A.3** genannt sind, hergestellt werden, dürfen für die Untersuchung ihrer Verträglichkeit geeignete alternative Verfahren angewendet werden.

A.2 Definitionen und Anwendbarkeit von Standardflüssigkeiten

A.2.1 Netzmittellösung

Die Netzmittellösung ist für Stoffe anzuwenden, die auf Polyethylen stark spannungsrisssauslösend wirken, insbesondere für alle Lösungen und Zubereitungen, die Netzmittel enthalten.

Verwendet wird eine 1%ige bis 10%ige wässrige Lösung eines Netzmittels. Die Oberflächenspannung dieser Lösung muss bei 23 °C 31 mN/m bis 35 mN/m betragen.

Für die Durchführung der Stapeldruckprüfung wird eine relative Dichte von mindestens 1,2 zugrunde gelegt.

Sofern eine ausreichende chemische Verträglichkeit mit einer Netzmittellösung nachgewiesen wurde, ist eine Verträglichkeitsprüfung mit Essigsäure nicht erforderlich.

ANMERKUNG Allerdings darf bei Füllgütern, die auf Polyethylen stärker spannungsrisssauslösend wirken als Netzmittellösung, die ausreichende chemische Verträglichkeit nach einer 21-tägigen Vorlagerung bei 40 °C nach **7.3** dieser Norm nachgewiesen werden, wobei das Originalfüllgut verwendet wird.

A.2.2 Essigsäure

Essigsäure ist für Stoffe und Zubereitungen anzuwenden, die auf Polyethylen spannungsrisssauslösend wirken, insbesondere für Monocarbonsäuren und einwertige Alkohole; hierfür ist Essigsäure in einer Konzentration von 98 % bis 100 % und einer relativen Dichte = 1,05 zu verwenden.

Für die Durchführung der Stapeldruckprüfung wird eine relative Dichte von mindestens 1,1 zugrunde gelegt.

ANMERKUNG Für Füllgüter, die Polyethylen mehr als Essigsäure und bis höchstens 4 % Masseaufnahme anquellen, darf die ausreichende chemische Verträglichkeit nach einer dreiwöchigen Vorlagerung bei 40 °C nach **7.3**, aber mit Originalfüllgut, nachgewiesen werden.

A.2.3 n-Butylacetat

n-Butylacetat und mit n-Butylacetat gesättigte Netzmittellösung sind für Stoffe und Zubereitungen anzuwenden, die Polyethylen bis zu 4 % Masseaufnahme anquellen und die gleichzeitig spannungsrisssauslösend wirken, insbesondere für Pflanzenschutzprodukte, flüssige Farben und Ester.

Für die Vorlagerung nach **7.3** ist n-Butylacetat mit einer Konzentration von 98 % bis 100 % zu verwenden.

Für die Stapeldruckprüfung nach **4.5** dieser Norm ist eine Prüfflüssigkeit aus mit 2 % n-Butylacetat versetzter 1%iger bis 10%iger wässriger Netzmittellösung nach **A.2.1** zu verwenden.

Für die Durchführung der Stapeldruckprüfung wird eine relative Dichte von mindestens 1,0 zugrunde gelegt.

ANMERKUNG Für Füllgüter, die Polyethylen mehr als n-Butylacetat und bis höchstens 7,5 % Masseaufnahme anquellen, darf die ausreichende chemische Verträglichkeit nach einer 21-tägigen Vorlagerung bei 40 °C nach **7.3**, aber mit Originalfüllgut, nachgewiesen werden.

A.2.4 Kohlenwasserstoffgemisch (White Spirit)

Kohlenwasserstoffgemisch (White Spirit) ist für Stoffe und Zubereitungen anzuwenden, die auf Polyethylen anquellend wirken, insbesondere für Kohlenwasserstoffe, Ester und Ketone.

Hierfür ist ein Kohlenwasserstoffgemisch mit einem Siedepunktbereich von 160 °C bis 220 °C, einer relativen Dichte von 0,78 bis 0,80, einem Flammpunkt von mehr als 50 °C und einem Aromatenanteil von 16 % bis 21 % zu verwenden.

Für die Durchführung der Stapeldruckprüfung wird eine relative Dichte von mindestens 1,0 zugrunde gelegt.

ANMERKUNG Für Füllgüter, die Polyethylen um mehr als 7,5 % Masseaufnahme anquellen, darf die ausreichende chemische Verträglichkeit nach einer 21-tägigen Vorlagerung bei 40 °C nach **7.3**, aber mit Originalfüllgut, nachgewiesen werden.

A.2.5 Salpetersäure

Salpetersäure ist für alle Stoffe und Zubereitungen anzuwenden, die auf Polyethylen gleich oder geringer oxidierend einwirken und einen molekularen Abbau mit höchstens der Wirkung einer 55%igen Salpetersäure verursachen.

Hierfür ist Salpetersäure mit einer Konzentration von mindestens 55 % zu verwenden.

Für die Durchführung der Stapeldruckprüfung wird eine relative Dichte von mindestens 1,4 zugrunde gelegt.

Für Füllgüter, die stärker als 55%ige Salpetersäure oxidieren oder die molekulare Masse abbauen, ist entsprechend **7.2** zu verfahren.

A.2.6 Wasser

Wasser ist für Stoffe, die Polyethylen in keiner der in **A.2.1** bis **A.2.5** genannten Fälle angreifen, zu verwenden, insbesondere für anorganische Säuren und Laugen, wässrige Salzlösungen, mehrwertige Alkohole und organische Stoffe in wässriger Lösung.

Für die Durchführung der Stapeldruckprüfung wird eine relative Dichte von mindestens 1,2 zugrunde gelegt.

Wenn die Prüfung zufrieden stellend mit mindestens einer der Standardflüssigkeiten auf Wasserbasis, der Netzmittellösung oder der 55%igen Salpetersäure durchgeführt worden ist, ist für das gleiche Prüfniveau (Verpackungsgruppe, relative Dichte, hydraulischer Innendruck) keine Prüfung mit Wasser erforderlich.

A.3 Definitionen von Polyethylenarten

A.3.1 Hochmolekulares hochdichtes Polyethylen (HMW HDPE)

Die relative Dichte des natürlichen (nicht pigmentierten) Formstoffs muss nach EN ISO 1183-1 bei 23 °C und einstündiger Temperung bei 100 °C $\geq 0,940 \text{ g/cm}^3$ sein.

Der Schmelzindex nach EN ISO 1133 bei 190 °C/21,6 kg Last muss $\leq 12 \text{ g/10 min}$ sein.

A.3.2 Mittelmolekulares hochdichtes Polyethylen (MMW HDPE)

Die relative Dichte des natürlichen (nicht pigmentierten) Formstoffs muss nach EN ISO 1183-1 bei 23 °C und einstündiger Temperung bei 100 °C $\geq 0,940 \text{ g/cm}^3$ sein.

Der Schmelzindex nach EN ISO 1133 bei 190 °C/2,16 kg Last muss $\leq 0,5 \text{ g/10 min}$ und $\geq 0,1 \text{ g/10 min}$ sein,

oder

der Schmelzindex nach EN ISO 1133 bei 190 °C/5 kg Last muss $\leq 3 \text{ g/10 min}$ und $\geq 0,5 \text{ g/10 min}$ sein.

A.3.3 Vernetztes Polyethylen (PE-X)

PE-X ist ein Polyethylen mit veränderter chemischer Struktur, in der der Hauptanteil an Polymerketten chemisch in Form eines dreidimensionalen Netzwerkes miteinander verbunden ist.

A.3.4 Lineares mitteldichtes Polyethylen

Die relative Dichte des natürlichen (nicht pigmentierten) Formstoffs muss nach EN ISO 1183-1 bei 23 °C und einstündiger Temperung bei 100 °C $\geq 0,927 \text{ g/cm}^3$ und $\leq 0,937 \text{ g/cm}^3$ sein.

Der Schmelzindex nach EN ISO 1133 bei 190 °C/2,16 kg Last muss $\geq 5 \text{ g/10 min}$ und $\leq 10 \text{ g/10 min}$ sein.

Anhang B (normativ)

Prüfungen im Labormaßstab zur Bewertung von Füllgütern im Hinblick auf Standardflüssigkeiten

B.1 Einleitung

Die nachstehend aufgeführten Prüfungen im Labormaßstab sind anzuwenden; um zu bewerten, ob ein Füllgut für bestimmte Sorten von Polyethylen (hochmolekulares hochdichtes Polyethylen und mittelmolekulares hochdichtes Polyethylen, zusätzlich vernetztes Polyethylen und lineares mitteldichtes Polyethylen) mit einer Standardflüssigkeit assimiliert werden kann.

Für vernetztes Polyethylen und lineares mitteldichtes Polyethylen ist zuvor die Genehmigung der zuständigen Behörde einzuholen.

Drei Prüfungen decken besondere Wechselwirkungen zwischen dem Füllgut und dem Kunststoff ab. Diese sind:

Verfahren A:	Absorption	(ein Verfahren);
Verfahren B:	Spannungsrisssauslösung	(drei Verfahren);
Verfahren C:	Molekularer Abbau	(drei Verfahren).

ANMERKUNG Bei Angabe alternativer Verfahren ist jedes der Verfahren als gleichwertig anzusehen.

B.2 Anforderungen

B.2.1 Widerstand gegen Absorption (Anquellen)

Für Verfahren A (**B.4.1**) darf die prozentuale Zunahme der Masse bei Prüfung mit dem Füllgut höchstens so groß sein wie der Wert, der bei Prüfung mit der anwendbaren Standardflüssigkeit erreicht wird.

B.2.2 Widerstand gegen Spannungsrisssauslösung

Bei Verfahren B1 (**B.4.2.2**) müssen die Ergebnisse zeigen, dass mit dem Füllgut die Auswirkungen höchstens gleich wie die mit der zur Kontrolle verwendeten Standardflüssigkeit sind.

Bei Verfahren B2 (**B.4.2.3**) und Verfahren B3 (**B.4.2.4**) müssen die Ergebnisse zeigen, dass mit dem Füllgut die Zeit bis zum Versagen mindestens ebenso lang wie die mit der zur Kontrolle verwendeten Standardflüssigkeit ist.

B.2.3 Widerstand gegen molekularen Abbau

Bei Verfahren C1 (**B.4.3.3**) darf der Schmelzindex des Prüfkörpers aus dem jeweiligen Werkstoff, der mit dem Füllgut in Kontakt ist, den des Prüfkörpers aus dem gleichen Werkstoff, der mit 55%iger Salpetersäure in Kontakt ist, nicht überschreiten.

Bei Verfahren C2 (**B.4.3.4**) darf die Viskositätszahl der Probe aus dem jeweiligen Werkstoff, die mit dem Füllgut in Kontakt ist, die der Probe aus dem gleichen Werkstoff, die mit 55%iger Salpetersäure in Kontakt ist, nicht unterschreiten.

Bei Verfahren C3 (B.4.3.5) darf die Bruchdehnung der Probe aus dem jeweiligen Werkstoff, die mit dem Füllgut in Kontakt ist, die der Probe aus dem gleichen Werkstoff, die mit 55%iger Salpetersäure in Kontakt ist, nicht unterschreiten.

B.2.4 Prüfbericht

Es ist ein Prüfbericht zu erstellen. Der Prüfbericht muss eine vollständige Beschreibung des für die Prüfung verwendeten Füllgutes und des Kunststoffes enthalten.

B.3 Auswahl und Vorbereitung der Prüfkörper

B.3.1 Eine (mindestens 48 h alte) repräsentative vollständige Verpackung ist dem Prüflaboratorium zur Verfügung zu stellen. Die Prüfkörper sind aus Ausschnitten aus dieser Verpackung herzustellen.

ANMERKUNG Mit Zustimmung der zuständigen Behörde können die Prüfungen auch an Prüfkörpern durchgeführt werden, die aus formgepressten oder extrudierten Platten aus einer spezifischen Polymersorte und mit festgelegter Dicke hergestellt werden.

B.3.2 Jeder Prüfkörper muss zum Zwecke der Identifikation gekennzeichnet sein.

B.3.3 Jeder Prüfkörper ist auf Schäden usw., die die Prüfungen ungültig machen könnten, zu untersuchen, z. B. auf Fehler an der Oberfläche oder Verunreinigungen.

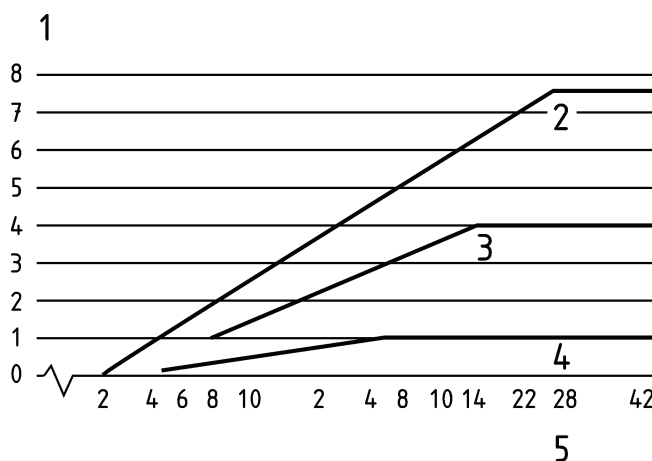
B.3.4 Für vernetztes Polyethylen dürfen nur Prüfkörper aus den Verpackungen verwendet werden.

B.4 Prüfverfahren

B.4.1 Widerstand gegen Absorption (Verfahren A)

B.4.1.1 Kurzbeschreibung

Bei diesem Verfahren wird die Widerstandsfähigkeit von Kunststoffverpackungen gegen Absorption bestimmt, wenn sich diese in Kontakt mit dem Füllgut befinden (siehe Bild B.1).



Legende

- 1 Massenzunahme durch Anquellung, %
- 2 Kohlenwasserstoffgemisch (White Spirit)
- 3 n-Butylacetat
- 4 Essigsäure
- 5 Lagerdauer d

Bild B.1 — Bestimmung der Absorption (Massenzunahme) der Proben, eingetaucht in das Füllgut bei 40 °C

B.4.1.2 Aus dem mittleren Bereich der Seitenwand des Behälters oder aus einer formgepressten oder extrudierten Platte sind mindestens drei Prüfkörper mit einer Fläche von jeweils mindestens 450 mm² auszuschneiden.

B.4.1.3 Die Ausgangsmasse jedes der Prüfkörper ist aufzuzeichnen (W_0).

B.4.1.4 Die Prüfkörper sind in einem geeigneten Behälter vollständig in das Füllgut eingetaucht zu halten.

B.4.1.5 Die Prüfkörper sind so lange einzutauchen, bis die Absorption zum Abschluss gekommen ist, d. h., bis Massekonstanz erreicht wird. Unter normalen Prüfbedingungen bei Prüfkörperdicken von höchstens 2,0 mm und einer Prüftemperatur von 40 °C wird dies üblicherweise innerhalb einer Prüfdauer von 28 Tagen erreicht.

B.4.1.6 Nach Ablauf der Prüfdauer oder in geeigneten Prüfabständen sind die Prüfkörper zu entnehmen, alle Rückstände an Oberflächenflüssigkeit von ihnen zu entfernen und die Masse jedes einzelnen Prüfkörpers festzustellen (W_1).

B.4.1.7 Prüfkörper dürfen nur einmal verwendet werden.

B.4.1.8 Ergebnisse

Der Mittelwert aus drei Ergebnissen ist auf zwei signifikante Stellen genau aufzuzeichnen.

$$\% \text{ Zunahme an Masse } \Delta W = \frac{100 (W_1 - W_0)}{W_0}$$

Dabei ist

W_0 Ausgangsmasse;

W_1 Masse am Ende der Prüfdauer.

B.4.1.9 Bewertungskriterien

Die prozentuale Zunahme an Masse darf bei Prüfung mit dem Füllgut höchstens so groß sein wie bei Prüfung mit der anzuwendenden Standardflüssigkeit.

ANMERKUNG Hierbei sind folgende Werte zu erwarten:

- bis zu 1 % bei Wasser, Netzmittellösung, Essigsäure oder Salpetersäure;
- etwa 4 % bei n-Butylacetat;
- etwa 7,5 % bei Kohlenwasserstoffgemisch (White Spirit).

B.4.2 Widerstand gegen Spannungsrisssauslösung (Verfahren B)

B.4.2.1 Allgemeines

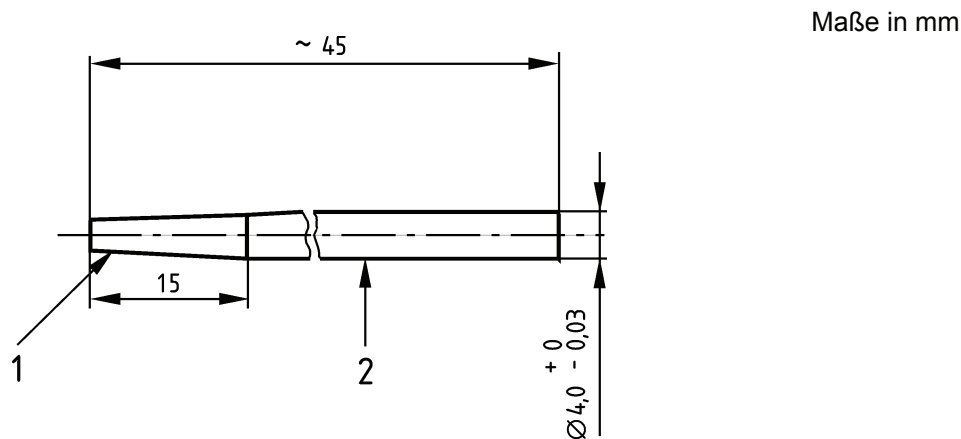
Zur Bestimmung der Spannungsrisssauslösung ist eines der drei folgenden alternativen Verfahren anzuwenden:

- i) Stifteindruckprüfung (siehe **B.4.2.2**);
- ii) Streifenbiegeprüfung (siehe **B.4.2.3**);
- iii) Kriechversuch an Probekörpern mit umlaufender Kerbe (FNCT-Test) (siehe **B.4.2.4**).

B.4.2.2 Stifteindrückprüfung (Verfahren B1)

B.4.2.2.1 Erforderliche Prüfausrüstung

- i) Polierte Stifte, die gegen das zu prüfende Produkt beständig sind, z. B. rostfreier Stahl, Glas, wie auf Bild B.2 festgelegt.
- ii) Werkzeug zur Erzeugung der Kerben mit den erforderlichen Maßen in den Prüfkörpern, wie auf Bild B.3 dargestellt. Der Kerbradius muss $\leq 0,05$ mm betragen.



Legende

- 1 Steigung etwa 1:10
- 2 poliert

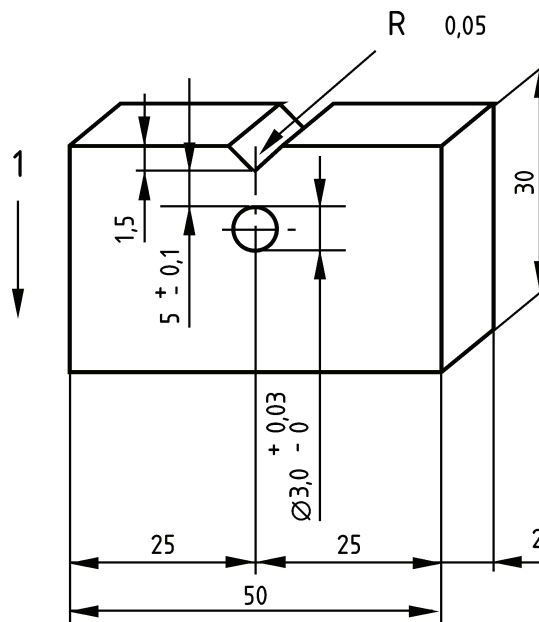
Bild B.2 — Polierte Stifte für die Stifteindrückprüfung

B.4.2.2.2 Vorbereitung der Prüfkörper

Aus der Verpackung oder einer formgepressten oder extrudierten Platte sind mindestens 70 Prüfkörper auszuschneiden. Jeder Prüfkörper muss mindestens 50 mm lang, 30 mm breit und 2 mm dick oder dicker sein. In die Prüfkörper sind Kerben und ein Loch (Durchmesser von 3 mm) nach Bild B.3 einzuarbeiten.

Der Abstand zwischen dem Kerbgrund und dem Lochrand muss $(5 \pm 0,1)$ mm oder $(4 \pm 0,1)$ mm betragen, wobei das zuletzt genannte Maß angewendet wird, um für bestimmte Sorten von Polyethylen die Prüfdauer zu verkürzen.

Maße in mm

**Legende**

- 1 Extrusionsrichtung
- 2 Das Maß von 5 mm darf 4 mm betragen, wo dies angebracht ist; in diesem Fall ist der Wert 1,5 mm auf 2,5 mm zu erhöhen

Bild B.3 — Prüfkörper für die Stifteindruckprüfung (Maße in mm)**B.4.2.2.3 Vorlagerung**

Die Prüfkörper sind jeweils 21 Tage sowohl in das Füllgut als auch in die Standardflüssigkeit einzutauchen, entweder bei $(40 \pm 1)^\circ\text{C}$ oder einer höheren festgelegten und auf $\pm 1^\circ\text{C}$ geregelten Temperatur, wobei die zuletzt genannte Temperatur angewendet wird, um für bestimmte Sorten von Polyethylen die Prüfdauer zu verkürzen.

ANMERKUNG Wenn sich gezeigt hat, dass diese Vorlagerung keinen Einfluss auf die Prüfflüssigkeiten und die zugehörigen Produkte hat, darf dieser Schritt ausgelassen werden.

B.4.2.2.4 Spannungsrissauslösung

Die gleiche Zahl von Prüfkörpern ist jeweils in das Füllgut und die Standardflüssigkeit einzutauchen; normalerweise in Netzmittellösung oder Essigsäure.

ANMERKUNG n-Butylacetat kann dann verwendet werden, wenn die kombinierten Auswirkungen der Spannungsrissauslösung und der Absorption nachgewiesen werden sollen. Dies ist abhängig von den Ergebnissen des Verfahrens A (siehe **B.4.1**).

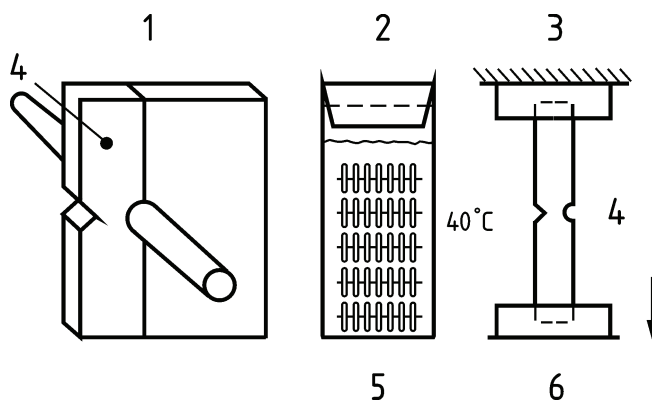
Nach Abschluss der Lagerdauer sind die Prüfkörper zu entnehmen und zehn Prüfkörper zurückzulegen. Bei jedem der übrig gebliebenen Prüfkörper ist der polierte Stift (**B.4.2.2.1**) in die 3-mm-Bohrungen hineinzudrücken. Der Stift muss bis zu dessen parallelem Teil in die Bohrung hineingedrückt werden.

Die gestifteten Prüfkörper sind, wie in **B.4.2.2.3** beschrieben, erneut in die Flüssigkeiten einzutauchen, mit Ausnahme von n-Butylacetat, bei dem die Spannungsrissprüfung mit einer Mischung aus 1%iger bis 10%iger wässriger Netzmittellösung und 2 % n-Butylacetat (siehe **B.2.3**) durchgeführt wird.

In geeigneten Zeitabständen sind 10 Prüfkörper zu entnehmen und auf Raumtemperatur abzukühlen. Die Stifte sind sorgfältig zu entfernen. Die Prüfkörper sind durch die 3-mm-Bohrung und parallel zum gekerbten Rand zu durchtrennen (siehe Bild B.4). Mit jedem der gekerbten Teile der Prüfkörper ist, spätestens 8 h nach Entnahme aus der Prüfflüssigkeit, ein Zugversuch durchzuführen.

Die Zugfestigkeit ist nach EN ISO 527-2 bei $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ und einer Prüfgeschwindigkeit von 20 mm/min zu bestimmen.

Für jeden Satz Prüfkörper ist der Mittelwert der Zugfestigkeit zu berechnen. Die Restzugfestigkeit ist graphisch als prozentualer Anteil der Zugfestigkeit der ursprünglichen 10 Prüfkörper aufzutragen, die nach der Vorlagerung zurückgelegt wurden.



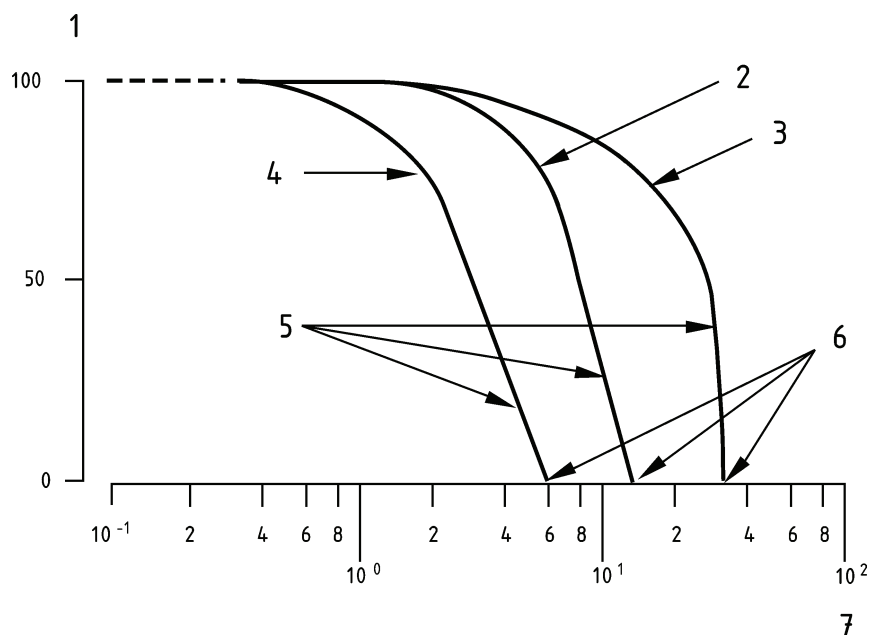
Legende

- 1 Prüfkörper mit Stift
- 2 Lagerung im Füllgut
- 3 Zugversuch
- 4 Probenabschnitt A
- 5 40 °C oder, wenn angebracht, 50 °C
- 6 Prüfgeschwindigkeit $v = 20 \text{ mm/min}$

Bild B.4 — Stifteindruckprüfung: Prüfkörpervorbereitung, Lagerung und Prüfung

B.4.2.2.5 Bewertungskriterien

Um festzustellen, ob das Füllgut stärker oder schwächer als die Standardflüssigkeit wirkt, sind die Kurven, wie z. B. auf Bild B.5 angegeben, zu vergleichen.



Legende

- 1 Restzugfestigkeit $\sigma_{\max}$ %
- 2 Standardflüssigkeit
- 3 Füllgut 2 (geringere Schädigungswirkung als die Standardflüssigkeit)
- 4 Füllgut 1 (größere Schädigungswirkung als die Standardflüssigkeit)
- 5 Kurven der Restzugfestigkeit
- 6 Zeitraum bis zum Zerreißen der Proben
- 7 Lagerdauer d

Bild B.5 — Stifteindruckprüfung

Es darf ein alternatives visuelles Verfahren der Bewertung der Versagenszeit der Prüfkörper angewendet werden.

Es werden 15 Proben nach **B.4.2.2.2** entsprechend **B.4.2.2.3** vorgelagert und dem Spannungsrissverfahren nach **B.4.2.2.4** unterzogen. Für jede gestiftete Probe wird durch Sichtprüfung die Zeit bis zum Reißen bestimmt (üblicherweise breitet sich der Riss von der Spitze der Kerbe zum Stift aus). Das Bewertungskriterium beruht auf der Zeit (T) bis zum Versagen von 8 der 15 Prüfkörper in der Standardflüssigkeit. Beim Füllgut darf diese Zeit nicht kleiner als T sein.

Dieses alternative Verfahren darf mit Zustimmung der zuständigen Behörde angewendet werden.

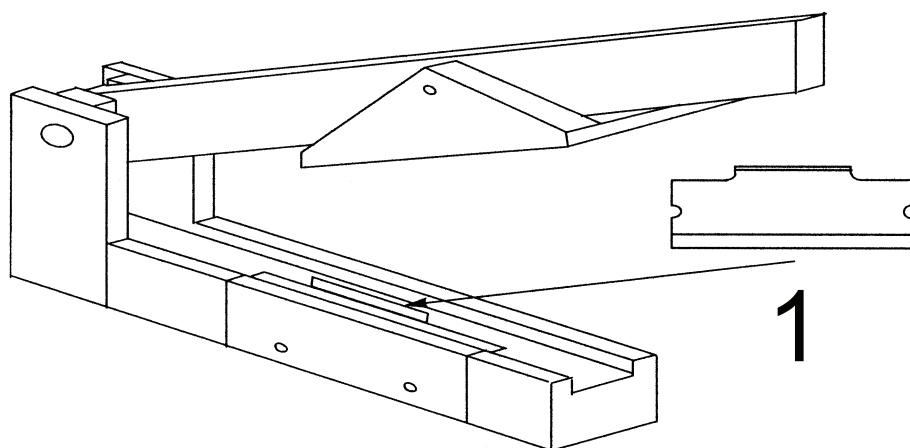
B.4.2.3 Streifenbiegeprüfung — Bell-Telephone-Test (Verfahren B2)

B.4.2.3.1 Kurzbeschreibung

Bei diesem Verfahren werden Prüfkörper mit kontrolliertem Fehler (Kerbe) nach ASTM D 1693-00 verwendet.

B.4.2.3.2 Sonderausrüstung

Schlitzkerbwerkzeug, Umsetzwerkzeug, Biegewerkzeug, siehe Bilder B.6, B.7 und B.8.



Legende
1 Klinge

Bild B.6 — Schlitzkerbwerkzeug

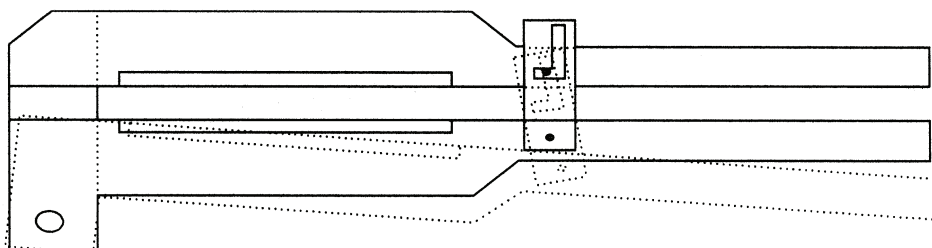
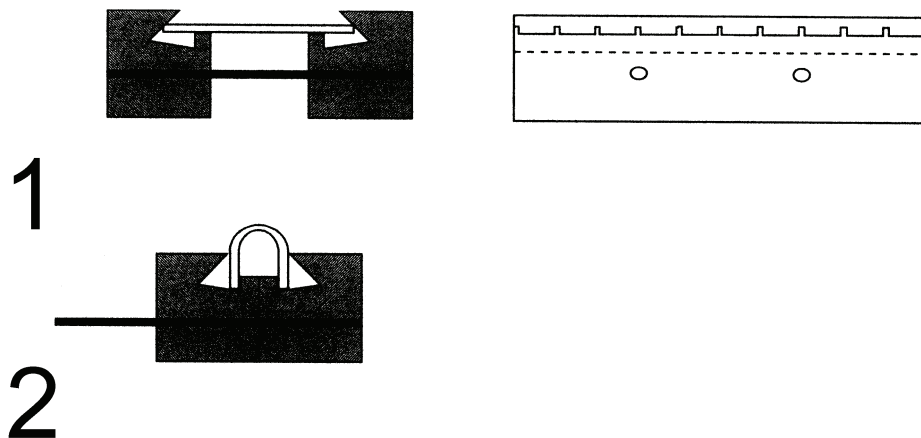


Bild B.7 — Umsetzwerkzeug



Legende
1 geöffnete Klemme mit flachem Prüfkörper
2 geschlossene Klemme mit gebogenem Prüfkörper

Bild B.8 — Probenbiegewerkzeug

B.4.2.3.3 Vorbereitung der Prüfkörper

Aus der Seitenwand der Verpackung oder aus einer formgepressten oder extrudierten Platte ist eine geeignete Zahl von Prüfkörpern auszuschneiden. Die aus dem Behälter geschnittenen Prüfkörper sind anschließend mit festgelegter Formtemperatur und Abkühlrate nach EN ISO 1872-2 Verfahren B auf Form zu pressen.

Die endgültige Dicke muss $(1,875 \pm 0,125)$ mm betragen.

Aus der formgepressten Platte sind mit einem scharfen Stanzmesser 10 Prüfkörper mit Maßen von jeweils $(38,0 \pm 2,5)$ mm $\times$ $(13,0 \pm 0,8)$ mm auszuschneiden. Hierbei ist ein 10 mm breiter Rand der formgepressten Platte auszusparen. Alle Prüfkörper sind auf Einhaltung der festgelegten Dickentoleranz zu prüfen.

Mit Hilfe einer scharfen Klinge und einer Schablone sind alle Prüfkörper mittig über eine Länge von $(19,05 \pm 0,15)$ mm und mit einer Tiefe von $(0,35 \pm 0,05)$ mm zu kerben.

B.4.2.3.4 Vorlagerungsverfahren

Die Prüfkörper sind 21 Tage bei 40 °C oder einer festgelegten höheren Temperatur, jeweils auf $\pm 1,0$ °C geregelt, in das zu bewertende Produkt einzutauchen.

ANMERKUNG Wenn sich gezeigt hat, dass diese Vorlagerung keinen Einfluss auf die Prüfflüssigkeiten und die zugehörigen Produkte hat, darf dieser Schritt ausgelassen werden.

B.4.2.3.5 Spannungsrissprüfung

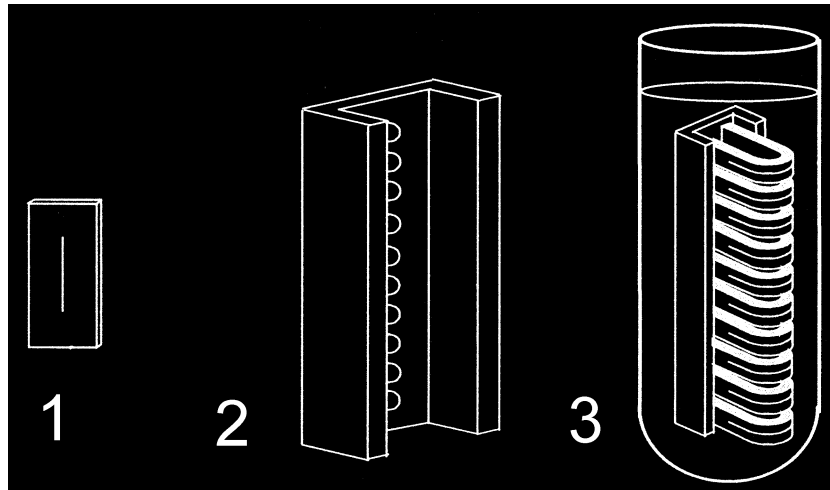
Die Prüfkörper sind mit der gekerbten Seite nach oben in die Biegeklemme einzusetzen, die mit Hilfe eines Schraubstockes in einem Zeitraum von etwa 30 s geschlossen wird.

Mit Hilfe eines Umsetzwerkzeuges sind die Prüfkörper vorsichtig aus der Klemme zu entnehmen und in den Prüfkörperhalter, eine Schiene mit einer Länge von 165 mm, einer Tiefe von 10 mm und einer lichten Breite von $(11,75 \pm 0,05)$ mm, einzusetzen. Die Prüfkörper sind vorsichtig gegen die Auflage der Schiene zu drücken, um sicherzustellen, dass sie mit dieser engen Kontakt haben, siehe Bild B.9.

Die Schiene ist in ein geeignetes Gefäß einzusetzen und mit dem zu bewertenden Produkt abzudecken. Der Prüfaufbau ist bei einer Temperatur von 40 °C oder einer festgelegten höheren Temperatur, jeweils auf $\pm 1,0$ °C geregelt, zu lagern.

Die Prüfkörper sind in geeigneten Abständen (normalerweise täglich) zu untersuchen, und jede sichtbare Schädigung, üblicherweise ein Riss, der senkrecht zur Kerbe verläuft, ist als Versagen des Prüfkörpers aufzuzeichnen.

Die Prüfung ist zu beenden, wenn alle Proben versagt haben, oder nach 1 000 h.



Legende

- 1 Prüfkörper
- 2 Prüfkörperhalter
- 3 Prüfkörper in Prüfanordnung

Bild B.9 — Streifenbiegeprüfung: Prüfkörper, Prüfkörperhalter und Prüfanordnung

B.4.2.3.6 Bewertungskriterien

Die Zeit bis zum Versagen von 50 % aller Prüfkörper (f_{50} -Wert) im Füllgut muss $\geq f_{50}$ der Standardflüssigkeit sein.

B.4.2.4 Kriechversuch an Probekörpern mit umlaufender Kerbe (FNCT, engl.: full notch creep test) (Verfahren B3)

B.4.2.4.1 Kurzbeschreibung

Ein Prüfkörper mit der Form eines Stabes mit rechteckigem Querschnitt und mit koplanaren Kerben in der Mitte jeder Oberfläche wird nach ISO 16770 in einem temperaturgeregelten Prüfmedium einer statischen Zuglast ausgesetzt. Die Geometrie des Prüfkörpers ist derart, dass er eben ist und unter angemessenen Belastungs- und Temperaturbedingungen Sprödbbruch auftritt. Die Zeit bis zum Auftreten dieses Sprödbrechens nach der Belastung wird aufgezeichnet.

B.4.2.4.2 Begriffe

B.4.2.4.2.1

Versagen

üblicherweise die vollständige Trennung der beiden Hälften des Prüfkörpers

B.4.2.4.2.2

Sprödbbruch

Versagen, bei dem mit bloßem Auge auf der Bruchoberfläche keine dauerhafte Werkstoffverformung zu erkennen ist, z. B. Streckung, Dehnung oder Einschnüren, siehe Bild B.10.1. Bei härteren Werkstoffen kann sich in der Mitte ein erweitertes Ligament bilden, siehe Bild B.10.2

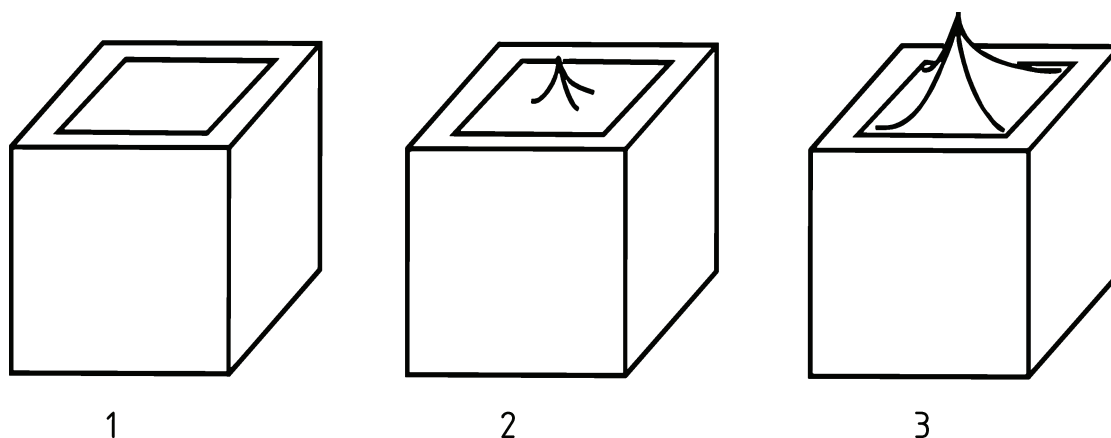
B.4.2.4.2.3

Dehnungsbruch

Versagen, bei dem auf der Bruchoberfläche deutlich eine dauerhafte Werkstoffverformung mit Streckung, Dehnung und Einschnürung erkennbar ist, siehe Bild B.10.3

B.4.2.4.2.4**Ligamentfläche**

die nach dem Kerben verbleibende Querschnittsfläche

**Legende**

- 1 spröde
- 2 spröde
- 3 Dehnung

Bild B.10 — Bruchoberflächen**B.4.2.4.3 Prüfeinrichtung****B.4.2.4.3.1 Belastungsvorrichtung**

Eine geeignete Vorrichtung zum Aufbringen der Last ist eine Belastungsmaschine mit Hebelarm, bei der das Hebelarmverhältnis zwischen 4:1 und 10:1 liegt. Ein typisches Beispiel einer solchen Vorrichtung ist auf Bild B.11 dargestellt. Das Hebelarmverhältnis R ist gleich $L1/L2$. Wenn der Hebelarm mit der oberen Prüfkörpergreifvorrichtung und dem Gewichtsträger ausgestattet ist, muss er horizontal, d. h. ausgewuchtet sein.

Die Prüfkörpergreifvorrichtungen müssen so ausgelegt sein, dass ein Rutschen des Prüfkörpers verhindert wird und sichergestellt ist, dass die Last axial durch den Prüfkörper übertragen wird, z. B. über eine reibungsarme Universalkupplung, um ein Biegen des Prüfkörpers während der Prüfung zu verhindern. Eine typische Anordnung einer Prüfkörpergreifvorrichtung ist auf Bild B.12 dargestellt.

Zusätzlich zu dem oben angegebenen Beispiel kann die Zuglast direkt aufgebracht werden, wobei Leergewichte oder sonstige Hilfsmittel zur Erzeugung einer konstanten Last verwendet werden.

Mit der Belastungsvorrichtung sollte die Last mit einer Genauigkeit von $\pm 1,0 \%$ aufgebracht werden können.

ANMERKUNG 1 Auch die Anwendung der in EN ISO 6252 beschriebenen ausgewuchteten Belastungsvorrichtung hat sich ebenfalls als zufrieden stellend erwiesen.

Die Funktion und die Kalibrierung der Vorrichtung müssen regelmäßig geprüft werden, da die aufgebrachte Last einen kritischen Parameter darstellt. Die Kalibrierung einer Hebelarmmaschine kann geprüft werden, indem eine Reihe von Gewichten mit bekannter Masse an die Prüfkörperseite des Hebelarmes gehängt und abwechselnd mit Gewichten an der Gewichtsaufhängevorrichtung austariert wird. Das Verhältnis der zuerst genannten zu den zuletzt genannten Gewichten liefert ein direktes Maß für das Armverhältnis und ermöglicht damit die Prüfung des Betriebs der Maschine.

Im Falle der Prüfung mehrerer Prüfkörper ist darauf zu achten, dass bei Versagen eines oder mehrerer Prüfkörper eine unangemessene negative Beeinflussung der übrigen Prüfkörper vermieden wird.