

DIN EN ISO 23667

ICS 55.180.99

**Verpackung –
Verpackungen zur Beförderung gefährlicher Güter –
Starre Kunststoff-IBC und Kombinations-IBC mit
Kunststoffinnenbehälter – Verträglichkeitsprüfung (ISO 23667:2007);
Deutsche Fassung EN ISO 23667:2007**

Packaging –

Transport packaging for dangerous goods –

Rigid plastics and plastics composite IBCs – Compatibility testing (ISO 23667:2007);

German version EN ISO 23667:2007

Emballages –

Emballages de transport pour marchandises dangereuses –

Grands récipients pour vrac en plastique rigide et en plastique composite – Essais de compatibilité (ISO 23667:2007);

Version allemande EN ISO 23667:2007

Gesamtumfang 90 Seiten

Normenausschuss Verpackungswesen (NAVp) im DIN

Nationales Vorwort

Das hiermit vorgelegte Dokument ist die Deutsche Fassung der vom CEN/TC 261 „Verpackung“ in Zusammenarbeit mit dem ISO/TC 122 „Packaging“ (ISO/TC 122/SC 3 „Performance requirements and tests for means of packaging, packages and unit loads (as required by ISO/TC 122)“) erarbeiteten Norm EN ISO 23667.

Im Normenausschuss Verpackungswesen wurden die Arbeiten durch den Arbeitsausschuss NA 115-01-06 AA „Gefahrgutverpackungen“ betreut.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 291	siehe	DIN EN ISO 291
ISO 527-2	siehe	DIN EN ISO 527-2
ISO 1133	siehe	DIN EN ISO 1133
ISO 1183-1	siehe	DIN EN ISO 1183-1
ISO 1628-3	siehe	DIN EN ISO 1628-3
ISO 1872-2	siehe	DIN EN ISO 1872-2
ISO 2818	siehe	DIN EN ISO 2818
ISO 6252	siehe	DIN EN ISO 6252
ISO 11403-3	siehe	DIN EN ISO 11403-3
ISO 11542-2	siehe	DIN EN ISO 11542-2
ISO 16467	siehe	DIN EN ISO 16467

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 291, *Kunststoffe — Normalklimate für Konditionierung und Prüfung*

DIN EN ISO 527-2, *Kunststoffe — Bestimmung der Zugeigenschaften — Teil 2: Prüfbedingungen für Form- und Extrusionsmassen*

DIN EN ISO 1133, *Kunststoffe — Bestimmung der Schmelze — Massefließrate (MFR) und der Schmelze — Volumenfließrate (MVR) von Thermoplasten*

DIN EN ISO 1183-1, *Kunststoffe — Verfahren zur Bestimmung der Dichte von nicht verschäumten Kunststoffen — Teil 1: Eintauchverfahren, Verfahren für Flüssigkeitspyknometer und Titrationsverfahren*

DIN EN ISO 1628-3, *Kunststoffe — Bestimmung der Viskosität von Polymeren in verdünnter Lösung unter Verwendung von Kapillarviskosimeter — Teil 3: Polyethylen und Polypropylen*

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

DIN EN ISO 2818, *Kunststoffe — Herstellung von Probekörpern durch mechanische Bearbeitung*

DIN EN ISO 6252, *Kunststoffe — Bestimmung der umgebungsbedingten Spannungsrissbildung (ESC) — Zeitstandszugversuch*

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

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

DIN EN ISO 16467, *Verpackung — Verpackungen für die Beförderung gefährlicher Güter — Prüfverfahren für IBC*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Verpackung —
Verpackungen zur Beförderung gefährlicher Güter – Starre Kunststoff-IBC und
Kombinations-IBC mit Kunststoffinnenbehälter —
Verträglichkeitsprüfung
(ISO 23667:2007)

Packaging —
Transport packaging for dangerous goods – Rigid plastics
and plastics composite IBCs —
Compatibility testing
(ISO 23667:2007)

Emballages —
Emballages de transport pour marchandises dangereuses –
Grands récipients pour vrac en plastique rigide et en
plastique composite —
Essais de compatibilité
(ISO 23667:2007)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 20. Juni 2007 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 des CEN 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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, 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	9
6 Prüfeinrichtungen	11
7 Vorlagerungsverfahren	12
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	86

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 23667:2007) 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 Januar 2008, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 2008 zurückgezogen werden.

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

Einleitung

Diese Internationale Norm wurde erstellt, um Anforderungen und Prüfverfahren bereitzustellen, sodass die im Folgenden aufgeführten Vorschriften für Intermediate Bulk Container (IBC) aus Kunststoff 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 Kunststoff-IBC's 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 IBC daraufhin überprüft werden, ob sie mit den darin zu befördernden Füllgütern verträglich sind. Der UN-Text bezieht sich insbesondere auf Kunststoff-IBC für Flüssigkeiten. Das dort aufgeführte Verfahren enthält Einzelheiten zur Prüfung mit der zu befördernden Flüssigkeit für eine Dauer von sechs 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 den:

- *International Maritime Dangerous Goods Code (IMDG Code)* (mit weltweiter Gültigkeit) [4].

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

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

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 Internationale Norm legt die Anforderungen an und die Verfahren für die Verträglichkeitsprüfung von auf Polyethylenbasis hergestellten Kunststoff-IBC und Kombinations-IBC mit Kunststoffinnenbehältern 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.

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

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 291, *Plastics — Standard atmospheres for conditioning and testing*

ISO 527-2, *Plastics — Determination of tensile properties — Part 2: Test conditions for moulding and extrusion plastics*

ISO 1133, *Plastics — Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and the melt volume-flow rate (MVR) of thermoplastics*

ISO 1183-1, *Plastics — Methods for determining the density of non-cellular plastics — Part 1: Immersion method, liquid pycnometer method and titration method*

ISO 1628-3, *Plastics — Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using capillary viscometers — Part 3: Polyethylenes and polypropylenes*

ISO 1872-2, *Plastics — Polyethylene (PE) moulding and extrusion materials — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties*

ISO 2818, *Plastics — Preparation of test specimens by machining*

ISO 11403-3, *Plastics — Acquisition and presentation of comparable multipoint data — Part 3: Environmental influences on properties*

ISO 11542-2:1998, *Plastics — Ultra-high-molecular-weight polyethylene (PE-UHMW) moulding and extrusion materials — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties*

ISO 16467:2003, *Packaging — Transport packages for dangerous goods — Test methods for IBCs*

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

ISO 16770, *Plastics — Determination of environmental stress cracking (ESC) of polyethylene — Full-notch creep test (FNCT)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments 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 Kunststoff-IBC
starre Kunststoff-IBC und Kombinations-IBC mit Kunststoffinnenbehältern (wobei sich „Kunststoff“ auf bestimmte Arten von Polyethylen bezieht)

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

3.3 Füllgut (chemisches Produkt)
gefährliche Flüssigkeit, mit der der IBC für die Beförderung befüllt werden soll

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

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

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

4 Prüfanforderungen

4.1 Allgemeines

Die nach Abschnitt 5 ausgewählten Kunststoff-IBC 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 7.1 anzuwenden; alternativ, und mit Ausnahme von Salpetersäure > 55 %, kann das beschleunigte Verfahren nach 7.2 angewendet werden.

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

4.2 Vorlagerung

Kunststoff-IBC sind nach Abschnitt 7 dieser Internationalen Norm vorzulagern.

4.3 Untersuchung nach der Vorlagerung

Nach Abschluss der Vorlagerungsdauer sind die IBC 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 ISO 16467:2003 zu beginnen (siehe 7.3).

4.4 Anwendbarkeit

Die Prüfungen, auf die in 4.5 bis 4.10 verwiesen wird, müssen nicht für alle Arten von IBC anwendbar sein (siehe Tabelle 1).

Die folgenden Prüfungen sind, wie angeführt, in der geforderten Reihenfolge beim Prüfen anzuwenden.

Tabelle 1 — Anwendbarkeit der Prüfungen

Prüfung	Starrer Kunststoff-IBC	Kombinations-IBC mit Kunststoffinnenbehälter
4.5 Hebeprüfung von unten	1. ^a	1. ^a
4.6 Hebedruckprüfung von oben	2. ^a	2. ^a
4.7 Stapeldruckprüfung – 28 Tage bei 40 °C mit Standardflüssigkeit gefüllt	3. ^c	3. ^{b, c}
4.7 Stapeldruckprüfung – 24 Stunden bei Raumtemperatur (mindestens 15 °C, siehe 7.1)	nicht erforderlich ^f	3. ^{c, e, f}
4.8 Dichtheitsprüfung	4.	4.
4.9 Hydraulische Innendruckprüfung	5.	5.
4.10 Fallprüfung bei –18 °C	6.	6. ^d
ANMERKUNG Wenn mechanische Prüfungen nach ISO 16467 erfolgreich durchgeführt wurden, ist es nicht notwendig, die Hebeprüfung von unten gemäß 4.5, die Hebeprüfung von oben gemäß 4.6 und die Stapeldruckprüfung bei Kombinations-IBC mit Kunststoffinnenbehältern gemäß 4.7 durchzuführen.		
^a Sofern die IBC für diese Art von Handhabung ausgelegt sind. ^b Nicht erforderlich, wenn der Kombinations-IBC eine äußere Umhüllung, die nicht aus Kunststoff besteht, zur Aufnahme der Stapellast hat. ^c Sofern die IBC für die Stapelung während der Beförderung ausgelegt sind. ^d Ein zweites Prüfmuster darf für den Fallversuch verwendet werden. ^e Erforderlich, wenn der Kombinations-IBC eine äußere Umhüllung, die nicht aus Kunststoff besteht, zur Aufnahme der Stapellast hat. ^f Ein zweites Prüfmuster darf für die Stapeldruckprüfung verwendet werden.		

4.5 Hebeprüfung von unten

Bei Durchführung der Prüfung nach 7.1 der ISO 16467:2003 darf keine dauerhafte Verformung des IBC, einschließlich des ggf. vorhandenen Palettensockels, entstehen, die die Sicherheit der Beförderung beeinträchtigt, und es darf kein Verlust von Füllgut auftreten.

4.6 Hebeprüfung von oben

Bei Durchführung der Prüfung nach 7.2 der ISO 16467:2003 darf keine dauerhafte Verformung des IBC, einschließlich des ggf. vorhandenen Palettensockels, entstehen, die die Sicherheit der Beförderung beeinträchtigt, und es darf kein Verlust von Füllgut auftreten.

4.7 Stapeldruckprüfung

Bei Durchführung der Prüfung nach 7.4 der ISO 16467:2003 darf keine dauerhafte Verformung des IBC, einschließlich des ggf. vorhandenen Palettensockels, entstehen, die die Sicherheit der Beförderung beeinträchtigt, und es darf kein Verlust von Füllgut auftreten.

4.8 Dichtheitsprüfung

Bei Durchführung der Prüfung nach 7.5 der ISO 16467:2003 darf es zu keiner Undichtigkeit kommen.

4.9 Hydraulische Innendruckprüfung

Bei Durchführung der Prüfung nach 7.6 der ISO 16467:2003 darf keine dauerhafte Verformung des IBC entstehen, die die Sicherheit der Beförderung beeinträchtigt, und es darf keine Flüssigkeitsundichtheit auftreten.

4.10 Fallprüfung

Bei Durchführung der Prüfung nach 7.7 der ISO 16467:2003 darf es zu keinem Verlust von Füllgut kommen. Ein geringfügiges Austreten aus Verschlüssen beim Aufprall gilt nicht als Versagen des IBC, vorausgesetzt, es kommt nicht zu weiterer Undichtigkeit.

4.11 Gleichwertige Prüfungen

Die in dieser Internationalen Norm beschriebenen Prüfverfahren sind als Referenz-Prüfverfahren anzusehen.

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.

4.12 Prüfbericht

Alle IBC-Prüfungen, die nach dieser Internationalen Norm durchgeführt werden, müssen Gegenstand eines Prüfberichts und einer Bauprüfung entsprechend Anhang C der ISO 16467:2003 sein. Es muss möglich sein, den spezifischen IBC in Bezug auf jeden Prüfbericht zu identifizieren, entweder durch die Archivierung unverwechselbar gekennzeichnete IBC oder durch Aufnahme hinreichend aussagekräftiger Fotografien und/oder Zeichnungen mit unverwechselbarer Zuordnung, die die Identifizierung des IBC und aller seiner Bauteile ermöglicht.

5 Auswahl und Vorbereitung der Prüfmuster

5.1 Auswahl der IBC

Ein oder zwei IBC von jeder Bauart sind für jedes zu prüfende Füllgut nach dem Zufallsprinzip aus der Fertigungs-Charge auszuwählen und für die Prüfung bereitzustellen.

IBC müssen:

- a) mindestens 48 h 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;

Die Form dieser Wägung kann variiert werden, je nachdem, ob die IBC voll oder leer zur Prüfstelle angeliefert worden sind. Wenn die Massen einzelner leerer IBC aufgezeichnet werden, ist es notwendig, nur eine typische Bruttomasse der IBC aufzuzeichnen (und umgekehrt);

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

Die unten beschriebenen Prüfungen sollten für jede Bauart eines IBC, für jede Art und jede Sorte eines Polymers durchgeführt werden.

ANMERKUNG Für das Verfahren des beschränkten Prüfumfanges, siehe ISO 16467:2003, Anhang D.

5.2 Mit den Prüfmustern bereitzustellende Informationen

Für jeden IBC-Typ sind die Spezifikation(en) für diese Bauart (in einem geeigneten Format, wie dies im Anhang C der ISO 16467:2003 angegeben ist) und, soweit zutreffend, die nachstehenden zusätzlichen Informationen bereitzustellen.

Der Verwender des IBC muss (ggf. mit der Hilfestellung des IBC-Herstellers 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.

Die Spezifikationsformulare für Kunststoff-IBC sollten den Werkstoff nach Polymerart und -sorte bezeichnen.

ANMERKUNG Bei durchgeführten Prüfungen mit dem Füllgut, darf der Prüfbericht ggf. auch für andere Stoffe mit gleicher oder geringerer chemischer Wirkung angewandt werden.

5.3 Befüllen der Prüfmuster vor der Prüfung

5.3.1 Allgemeines

IBC sind für die Prüfungen wie folgt zu befüllen:

- a) Für die Hebeprüfung von unten und die Hebeprüfung von oben sind die IBC nach 7.1 und 7.2 der ISO 16467:2003 vorzubereiten.
- b) Für die Stapeldruckprüfung sind die IBC nach 7.4 der ISO 16467:2003 vorzubereiten.
- c) Für die Dichtheitsprüfung und die hydraulische Innendruckprüfung sind die IBC nach 7.5 und 7.6 der ISO 16467:2003 vorzubereiten.
- d) Für die Fallprüfung sind die IBC nach 5.3.3.1 der ISO 16467:2003 zu befüllen.

5.3.2 Befüllen von IBC vor der Prüfung

Das Befüllen von IBC ist unter Beachtung des Folgenden durchzuführen:

Die IBC sind mit mindestens 98 % des Überlaufvolumens zu befüllen. Das Überlaufvolumen wird durch Wägen des leeren IBC, einschließlich der Verschlüsse, dem Befüllen des IBC mit Wasser, bis das Wasser gerade beginnt überzulaufen, dem Befestigen der Verschlüsse und anschließendem Wägen des vollen IBC bestimmt. Gegebenenfalls anhaftendes Wasser wird abgewischt. Manipulationen, wie z. B. das Neigen oder das Beklopfen des IBC, die es dem Wasser ermöglichen würden, in hohle Handgriffe oder andere Bereiche oberhalb des Verschlusses einzudringen, sind unzulässig.

Das Überlaufvolumen wird mit folgender Gleichung ausgedrückt:

$$b = \frac{W - m}{d} \quad (1)$$

Dabei ist

- b das Überlaufvolumen, in Litern (l);
- W die Masse des bis zum Überlaufen mit Wasser befüllten IBC, in Kilogramm (kg);
- m die Masse des leeren IBC, in Kilogramm (kg);
- d die Dichte des Wassers (1,0 kg/l).

Sofern das Überlaufvolumen bereits durch Prüfung nach ISO 16467 bestimmt wurde, ist dieses Verfahren nicht erforderlich.

Die Berechnung des erforderlichen Füllvolumens beim Prüfen ist:

$$C = \frac{b \times 98}{100} \quad (2)$$

Dabei ist

- C das erforderliche Füllvolumen des Wassers, in Litern (l);
- b das Überlaufvolumen, in Litern (l).

5.4 Verschließen der IBC

Schraubverschlüsse sind, sofern geeignet, mit dem vom Auftraggeber angegebenen 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 Das Anzugsdrehmoment kann bei verschiedenen Dichtungen variieren.

Es ist nicht erforderlich, dass das festgelegte Anzugsdrehmoment während der Vorlagerung aufgebracht wird, wenn dies das nachfolgende Verhalten der Dichtung bei der IBC-Prüfung beeinflusst.

6 Prüfeinrichtungen

6.1 Allgemeine Anforderungen

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

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

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 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 Ables- 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 ($^{\circ}\text{C}$):	$\pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$
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 des leeren IBC.

Wenn im Text nur Höchst- oder nur Mindestwerte festgelegt sind, sind die Toleranzen nur einseitig, z. B. darf unter 7.2 die Vorlagerungstemperatur $40 \text{ }^{\circ}\text{C}$ überschreiten, jedoch nicht darunter liegen.

6.4 Klimabedingungen

Um die Anforderungen nach Abschnitt 7 der ISO 16467:2003 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 Sechsmonatige Vorlagerung bei Umgebungstemperatur

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

Für die Anwendung dieser Internationalen 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.

7.2 Beschleunigte Vorlagerung

Die IBC sind 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.

7.3 Verfahrensweisen nach Abschluss der Vorlagerung

Nach Abschluss der Vorlagerung sind alle IBC, mit Ausnahme derjenigen, die für die Stapeldruckprüfung von 28 Tagen bei 40 °C vorgesehen sind (siehe Tabelle 1), zu leeren, zu spülen, auf Schäden zu untersuchen und für die Prüfungen entsprechend den Prüfverfahren für Kunststoff-IBC für Flüssigkeiten (ISO 16467) vorzubereiten. Die Prüfungen müssen innerhalb von 21 Tagen nach dem Ende der Vorlagerungsdauer beginnen. Wenn sie geleert sind, müssen die IBC bis zum Beginn der Prüfungen geschlossen gehalten werden.

IBC, 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 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 des IBC, d. h., dass Dichtungen und Verschlüsse nicht ausgetauscht werden dürfen.

7.4 Wiederverwendung von Standardflüssigkeiten

Die Standardflüssigkeiten sind regelmäßig nach den Angaben in Tabelle 2 zu überprüfen, da ihre Wirksamkeit im Verlauf der Zeit nachgelassen haben kann.

Tabelle 2 — 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 definierter Art 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.

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 IBC, die aus diesen Polyethylenarten hergestellt sind und deren Oberfläche bzw. Oberflächen fluoriert worden ist/sind.

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 $(31 \text{ bis } 35) \times 10^{-3} \text{ N/m}$ bei 23 °C 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.

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 7.2 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 von 1,05 zu verwenden.

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

Für Füllgüter, die Polyethylen mehr als Essigsäure und bis höchstens 4 % Masseaufnahme anquellen, darf die ausreichende chemische Verträglichkeit nach einer 21-tägigen Vorlagerung bei 40 °C nach 7.2, 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 7.2 ist n-Butylacetat mit einer Konzentration von 98 % bis 100 % zu verwenden.

Für die Stapeldruckprüfung nach 4.7 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.

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 7.2, 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.

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 7.2, 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 7.1 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 PE-HD)

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

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

A.3.2 Mittelmolekulares hochdichtes Polyethylen (MMW PE-HD)

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

Der Schmelzindex nach 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.

Alternativ muss der Schmelzindex nach ISO 1133 bei 190 °C/5 kg Last $\leq 3,0 \text{ g/10 min}$ 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 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 ISO 1133 bei 190 °C/2,16 kg Last muss $\geq 5,0 \text{ g/10 min}$ und $\leq 10,0 \text{ g/10 min}$ 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 Ein (mindestens 48 h alter) repräsentativer vollständiger IBC ist dem Prüflaboratorium zur Verfügung zu stellen. Die Prüfkörper sind aus Ausschnitten aus diesem IBC herzustellen.

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.

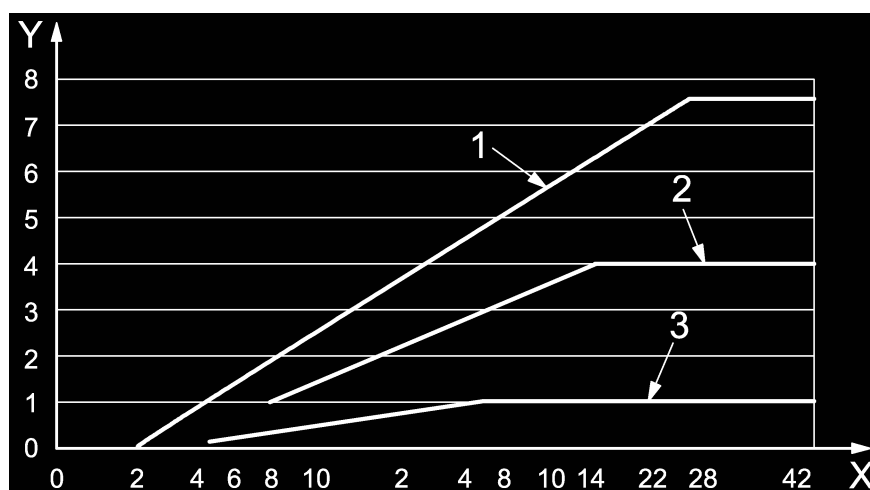
B.3.3 Jeder Prüfkörper ist auf Schäden usw., die die Prüfungen ungültig machen könnten, zu untersuchen, z. B. auf Fehler an der Oberfläche oder Verunreinigungen.

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

B.4 Prüfverfahren

B.4.1 Widerstand gegen Absorption (Verfahren A)

B.4.1.1 Bei diesem Verfahren wird die Widerstandsfähigkeit von Kunststoff-IBC gegen Absorption bestimmt, wenn sich diese in Kontakt mit dem Füllgut befinden (siehe Bild B.1).



Legende

X Lagerdauer, Tage

Y Massezunahme durch Anquellung, %

1 Kohlenwasserstoffgemisch (White Spirit)

2 n-Butylacetat

3 Essigsäure

Bild B.1 — Bestimmung der Absorption (Massezunahme) 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.

Die prozentuale Zunahme an Masse, ΔW ist:

$$\Delta W = 100 (W_1 - W_0)/W_0$$

Dabei ist

W_0 die Ausgangsmasse;

W_1 die 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 Spannungsrissauslösung (Verfahren B)

B.4.2.1 Allgemeines

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

- a) Stifteindruckprüfung (siehe B.4.2.2);
- b) Streifenbiegeprüfung (siehe B.4.2.3);
- c) Kriechversuch an Probekörpern mit umlaufender Kerbe (FNCT-Test) (siehe B.4.2.4).

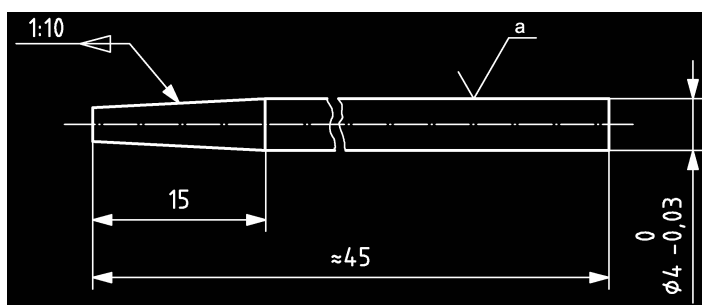
B.4.2.2 Stifteindrückprüfung (Verfahren B1)

B.4.2.2.1 Erforderliche Prüfausrüstung

B.4.2.2.1.1 Polierte Stifte, die gegen das zu prüfende Produkt beständig sind, z. B. nicht rostender Stahl, Glas, wie in Bild B.2 festgelegt.

B.4.2.2.1.2 Werkzeug zur Erzeugung der Kerben mit den erforderlichen Maßen in den Prüfkörpern, wie in Bild B.3 dargestellt. Der Kerbradius muss $\leq 0,05$ mm betragen.

Maße in Millimeter



Legende

a poliert

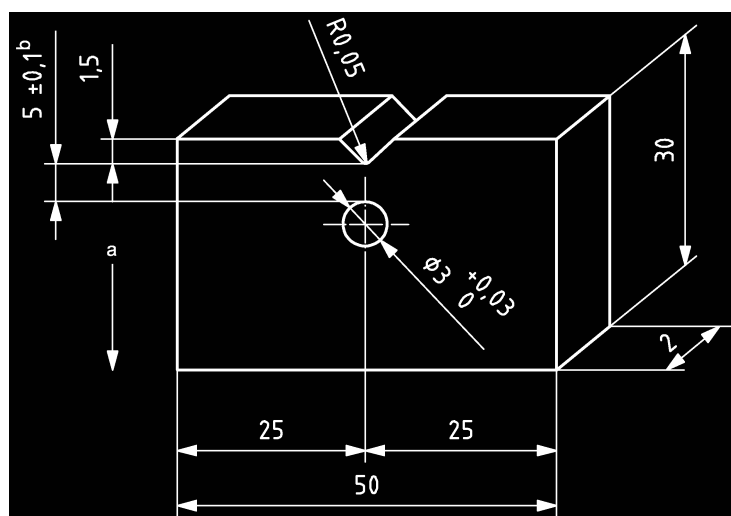
Bild B.2 — Polierte Stifte für die Stifteindrückprüfung

B.4.2.2.2 Vorbereitung der Prüfkörper

Aus der Verpackung, einer formgepressten oder einer 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 Millimeter

**Legende**

- a Extrusionsrichtung
 b 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 Stifteindrückprüfung**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.

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.

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).

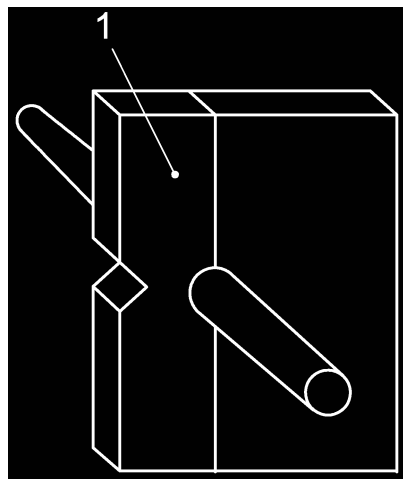
Nach Abschluss der Lagerdauer sind die Prüfkörper zu entnehmen und zehn Prüfkörper zurückzulegen. Bei jedem der übrig gebliebenen Prüfkörper ist der polierte Stift (B.4.2.2.1.1) in die 3-mm-Bohrungen hineinzudrücken. Der Stift muss bis zu dessen parallelem Teil in die Bohrung hineingedrückt werden.

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.2.2) durchgeführt wird.

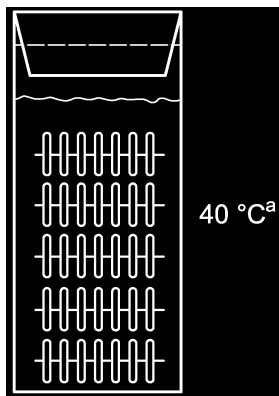
In geeigneten Zeitabständen sind 10 Prüfkörper zu entnehmen und auf Raumtemperatur abzukühlen. Die Stifte sind sorgfältig zu entfernen. Die Prüfkörper sind durch die 3-mm-Bohrung und parallel zum gekerbten Rand zu durchtrennen (siehe Bild B.4). Mit jedem der gekerbten Teile der Prüfkörper ist, spätestens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

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

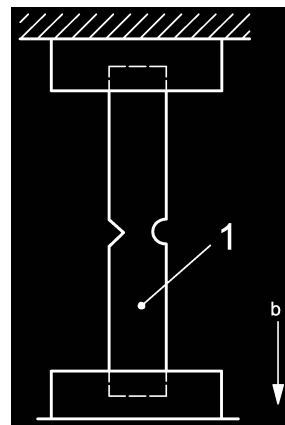
Für jeden Satz Prüfkörper ist der Mittelwert der Zugfestigkeit zu berechnen. Die Restzugfestigkeit ist grafisch als prozentualer Anteil der Zugfestigkeit der ursprünglichen 10 Prüfkörper aufzutragen, die nach der Vorlagerung zurückgelegt wurden.



a) Prüfkörper mit Stift



b) Lagerung im Füllgut



c) Zugversuch

Legende

1 Probenabschnitt A

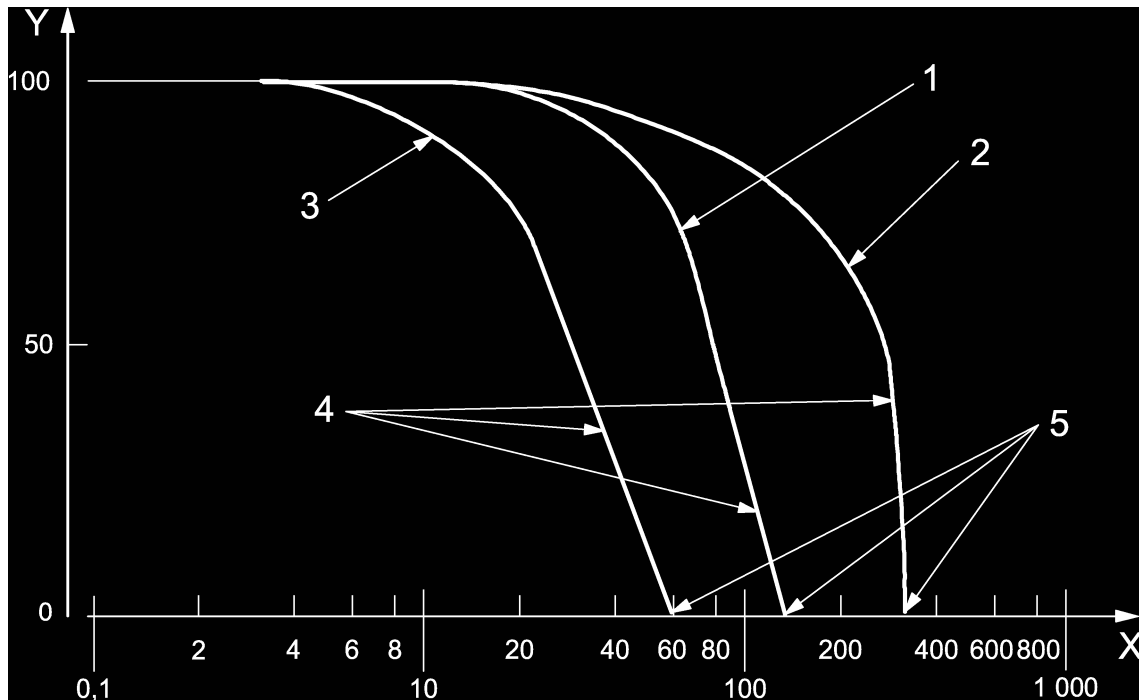
a 40°C oder, wenn angebracht, 50°C

b 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

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

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.