NEZÁVAZNÁ ČÁST ŘÁDU RID

Předpisy o zkouškách nádob z plastu

Směrnice k ustanovení odstavců 6.1.5.2.7 (kapitoly 6.1) nebo 6.5.6.3.6 (kapitoly 6.5)

Laboratorní metody na zkušebních tělesech z materiálu nádoby k prokázání chemické snášenlivosti polyethylenu podle definice v odstavci 6.1.5.2.6 nebo odstavci 6.5.6.3.5 vůči plněným věcem (látky, směsi a přípravky) ve srovnání se standardními kapalinami podle oddílu 6.1.6.

Provedením dále popsaných laboratorních metod A až C se určí možné mechanismy poškození materiálu nádoby povolovanými plněnými věcmi, ve srovnání s právě použitými standardními kapalinami.

Volba zkušební metody plyne z očekávaného mechanismu poškození.

Pokud není nic na základě složení předvídáno, je

- změkčení nabobtnáním (laboratorní metoda A)

- vyvolání trhlinek působením pnutí (laboratorní metoda B)

- reakce oxidační a odbourávání molekul (laboratorní metoda C)

na materiál nádoby zahrnuto v laboratorních metodách a porovnáno s příslušnými standardními kapalinami stejného působení.

Je třeba použít zkušební tělesa stejné tloušťky v rámci udané tolerance.

Laboratorní metoda A

Nabytí hmotnosti nabobtnáním se stanoví na plochých zkušebních tělesech z materiálu nádoby skladováním při 40 °C v povolovaných plněných věcech, jakož i ve srovnávací standardní kapalině.

Změna hmoty nabobtnáním se stanoví vážením zkušebních těles před skladováním a u zkušebních těles se zkušebními tloušťkami až do 2 mm po 4 týdenním působení, jinak až do hmotnostní konstanty.

Je třeba určit střední hodnotu ze 3 zkušebních těles. Zkušební tělesa smí být použita jen jednou.

Laboratorní metoda B (postup vtlačením kolíku)

1. Stručný popis

Metodou vtlačení kolíku se zkouší chování materiálu nádoby z polyethylenu vůči plněným věcem a příslušné standardní kapalině, pokud se může tvoření trhlin pnutím podílet současným nabobtnáním od 0 % až do 4 %.

Tělesa nádoby se k tomu účelu opatří otvorem a zářezem a nejdříve se předskladují ve zkoumaném plněném zboží, jakož i v příslušné standardní kapalině. Po předskladování se vtlačí do otvoru kolík s definovaným větším rozměrem.

Takto připravené vzorky se skladují ve zkoumaném plněném zboží a příslušné standardní kapalině a odeberou se po různé dlouhých skladovacích dobách a zkoumají na zbytkovou pevnost v tahu (postup 3.1) nebo na čas k protrhnutí zkušebního tělesa (postup 3.2).

Srovnávacím měřením se standardními kapalinami "roztok smáčecího prostředku", "kyselina octová", "n-butylacetát / s n-butylacetátem nasycený roztok smáčedla" nebo "voda", jako zkušební médium, se zjistí, zda stupeň poškození zkoumaného plněného zboží je stejný, silnější nebo slabší.

2. Zkušební těleso

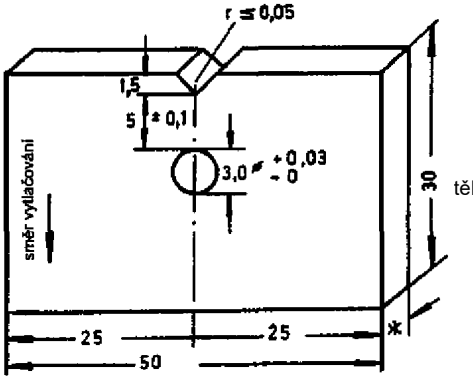
2.1 Tvar a rozměr

Tvar a doporučený rozměr zkušebního tělesa je určen obrázkem 1. Odchylka zkušební tloušťky nemá překročit ±15 % střední hodnoty měřené řady.

K měřené řadě patří zkoumané plněné zboží a příslušná standardní kapalina.

Obrázek 1

Zkušební těleso bez kolíku



* Minimální tloušťka stěny 2

2.2 Výroba

Zkušební tělesa měřené řady mohou být odebrána jak z nádob stejného konstrukčního vzoru, tak i ze stejného kusu lisovaného polotovaru.

Při napěťové výrobě zkušebních těles postačuje, co se týče kvality řezné plochy, pilový řez. Ostré hrany vznikající při opracování by měly být odstraněny pouze od později zařezávaných řezných ploch. U zkušebních těles je třeba provést zářez rovnoběžně se směrem vytlačování.

V každém zkušebním tělese se vyvrtá otvor podle obr. 1 o průměru 3,0 mm $^{-0,03}_{-0}$

Potom se zkušební těleso podle obr. 1 opatří ostrým zářezem s poloměrem zářezu □ 0,05 mm.

Vzdálenost mezi dnem zářezu a okrajem otvoru činí 5 mm ± 0,1 mm.

2.3 Počet zkušebních těles

K určení zbytkové pevnosti v tahu podle odst. 3.2 se použije pro každou skladovací dobu 10 zkušebních těles. Zpravidla se použije nejméně 5 skladovacích dob.

K určení času k protržení zkušebního tělesa podle odst. 3.3 je zapotřebí celkem 15 kusů.

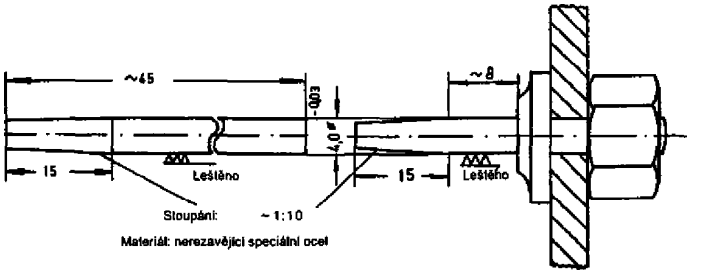
2.4 Kolíky

O rozměrech kolíků tloušťky 4 mm, viz obrázek 2.

Obrázek 2

a: Kolík ke stanovení zbytkové pevnosti v tahu

b: Kolík ke stanovení času k protrhnutí zkušebního tělesa



Pro materiál kolíku se přednostně použije nerezavějící ocel (např. X 112 Cr Si 17).

Pro látky, které tuto ocel napadají, se použijí skleněné kolíky.

3. **Zkušební postup a zhodnocení**

3.1 Předskladování zkušebních vzorků

Zkušební tělesa se před zkouškou kolíkem předskladují po dobu 21 dní při 40 °C ± 1 °C ve zkoumané kapalině a standardní kapalině. Pro standardní kapalinu c) podle přílohy k přípojku V, odstavec I se předskladování provede v n-butylacetátu.

3.2 Postup ke stanovení křivky zbytkové pevnosti v tahu

3.2.1 Provedení

Kolík podle obr. 2a se zatlačí přes kónickou část svou válcovou části zpříma do otvoru zkušebního tělesa.

Takto připravené vzorky se potom ponoří do skladovacích nádob naplněných příslušnou zkušební kapalinou a temperovaných na 40 °C a skladují se v tepelné skříni při 40 °C ± 1 °C. U standardní kapaliny c) se tato zkouška uskuteční v roztoku smáčecího prostředku, zředěném 2% n-butylacetátem.

Doba mezi zkouškou kolíkem zkušebních těles a pokračováním skladování ve zkušební kapalině musí být zvolena pro celou měřenou řadu jednotně a musí být konstantní.

Skladovací doby pro určení tvorby trhlin pnutím závislého na čase a zkušební kapalině je třeba zvolit tak, aby byl mezi křivkami zbytkových pevností v tahu zkoušených standardních kapalin a plněného zboží znázorněn jednoznačný rozdíl s dostatečnou bezpečností.

Po vyjmutí ze skladovací nádoby se bezprostředně poté zkušební tělesa zbaví kolíku a očistí od zbytků zkušební kapaliny.

Po ochlazení na pokojovou teplotu se zkušební tělesa rozdělí rovnoběžně ke straně se zářezem středem otvoru řezem pilou. Pro další zkoušku se použiji jen tyto části zkušebních těles se zářezy.

Tyto části zkušebních těles se zářezy budou potom, ne později než 8 hodin po odběru ze zkušební kapaliny, podrobeny jednoosému namáhání tahem ve stroji pro zkoušky tahem rychlosti (rychlost pohybující se svorky) 20 mm/min až do přetrhnutí. Stanoví se maximální sila. Zkouška tahem se provádí při pokojové teplotě (23 °C ± 2 °C) s odvoláním na ISO/R 527.

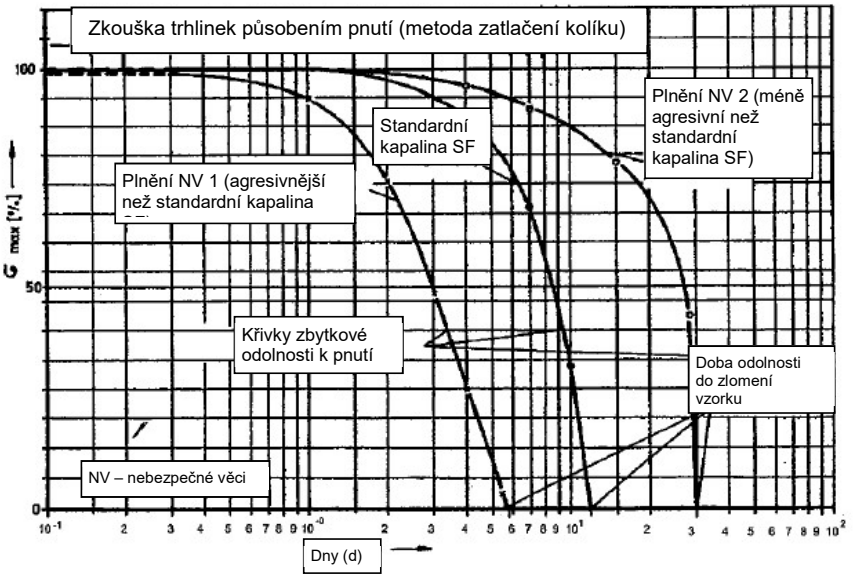
3.2.2 Vyhodnocení

Vyhodnocení ke stanovení vlivu zkušební kapaliny zahrnuje určení maximálního napětí předskladovaných a nenakolíkovaných částí zkušebních těles jako nulovou hodnotu a maximální napětí vzorku po skladovací době ty při y ≥ 5. Po přepočtu těchto maximálních napětí při v %, vztaženo na nulovou hodnotu, se tyto hodnoty zanesou do diagramu dle obr. 3.

Srovnání s příslušnými křivkami zbytkové pevnosti v tahu z měření se standardními kapalinami "roztok smáčecího prostředku" nebo "kyselina octová", "n-butylacetát s n-butylacetátem nasycený roztok.

smáčedla" nebo "voda" ukazuje, zda zkoumané plněné věci mají na stejný materiál nádoby silnější, slabší nebo žádný vliv (viz obrázek 3).

Obrázek 3



3.3 Postup k určení času potřebného k přetržení zkušebního tělesa

3.3.1 Provedení

15 zkušebních těles se jednotlivě zpříma narazí na kolík až na doraz na 15 kolíků podle obr. 2b a vloží se do skleněné trubice naplněné příslušnou zkušební kapalinou temperovanou na 40 °C.

Zkušební teplota se konstantně udržuje - 1 °C. Vizuálním pozorováním se určí přetrhnutí zkušebního tělesa u každého kolíku. Trhlina se podle zkušeností rozšiřuje vždy od dna zářezu k povrchu kolíku.

3.3.2 Vyhodnocení

Pro vyhodnocení je rozhodující čas t_{SF}, který uplyne do přetržení 8 vzorků se standardní kapalinou. Mění třeba vyčkávat tvorby dalších trhlin.

Zhodnocení se provádí srovnáním s počtem vzorků natržených s plněnými věcmi. V čase t_{SF} to smí být nejvýše 8 vzorků.

3.4 Vysvětlivky

Zkušební parametry "skladovací teplota" a "vzdálenost mezi dnem zářezu a okrajem otvoru" se u tohoto zkušebního postupu zvolí tak, aby příslušná zkoumání se standardními kapalinami "roztok

smáčecího prostředku", "kyselina octová", "n-butylacetát s n-butylacetátem nasycený roztok smáčedla" podaly vypovídající výsledky ve smyslu tohoto zkušebního předpisu v celkové době zkoušky cca 28 dní. Přičemž se bere za základ vysokomolekulární polyethylen o hustotě ~ 0,952 g/cm^3 a tavný index [Melt Flow Rate (MFR) 190*021,6 kg závaží] o - 2,0 g/10 min.

Jelikož výpověď tohoto zkušebního předpisu má být vždy relativní, je rovněž možné za účelem zkrácení zkušební doby pozměnit výše uvedené hranice zkušebních parametrů. Toto musí být zvlášť uvedeno do protokolu o zkoušce.

4. Kritéria pro vyhovující výsledek zkoušky

4.1 Výsledek zkoušky laboratorní metody A nesmí překročit 1 % nabytí hmotnosti nabobtnáním v případě, že se mají zohlednit standardní kapalina a), "roztok smáčecího prostředku" a standardní kapalina b), "kyselina octová".

Výsledek zkoušky laboratorní metody A se zkoumaným plněným zbožím nesmí překročit nabytí hmotnosti nabobtnáním n-butylacetátem (asi 4 %) v případě, že se má zohlednit standardní kapalina c), "n-butylacelát s n-butylacetátem nasycený roztok smáčedla".

4.2 Výsledek zkoušky laboratorní metodou B musí prokázat pro schvalovanou látku stejný nebo delší čas než srovnávané standardní kapaliny.

Laboratorní metoda C

Pro stanovení možného oxidačního a molekuly odbourávajícího poškození materiálu nádoby z vysokomolekulárního polyethylenu vysoké hustoty podle bodu 1551 (6) přípojku V plněným zbožím, se určí tavný index [Melt Flow Rate (MFR) 190 °C/21,6 kg závaží (Load) podle ISO 1133-Codition 7] zkušebních těles, v rozsahu tlouštěk odpovídajícím konstrukčnímu typu před a po skladování těchto vzorků v posuzovaném plněném zboží.

Skladováním geometricky stejných vzorků ve standardní kapalině "kyselina dusičná 55 %" podle přílohy k přípojku V, odst. I, písmeno e) a podmínek tavného indexu se zjistí, zda stupeň poškození schvalovaného plněného zboží na materiál nádoby je slabší, stejný nebo silnější.

Skladování vzorků se provádí při 40 °C až do možnosti konečného posouzení, maximálně 42 dní.

Pokud plněné věci předvídané ke schválení laboratorní metodou A dosáhnou současně nabytí hmotnosti nabobtnáním ≥ 1%, provede se, aby se neovlivnil výsledek měření, před měřením tavného indexu, zpětné vysušení vzorku se současnou kontrolou hmotnosti, např. skladování ve vakuové sušící skříni při 50 °C až do hmotnostní konstanty, zpravidla ne déle než 7 dní.

Kritérium pro vyhovující výsledek zkoušky:

Zvýšení tavného indexu materiálu nádoby dosažené schvalovanými plněnými věcmi podle podmínek této metody nesmí překročit dosaženou změnu pod uzavřením u standardní kapaliny "kyselina dusičná 55 %" o 15 % přípustné hodnoty sjednané metody.