

Corresponding Standards

FEA 606 F Récipients aérosols remplis – Epreuve au bain d'eau –
Vérification de la conformité à la législation

FEA 606 D Gefüllte Aerosolverpackungen – Wasserbadprüfung –
Eine Prüfmethode zur Einhaltung der gesetzlichen Normen

Introduction

The provisions of Directive 75/324/EEC require that aerosol dispensers shall be subject to one of the following final test methods.

- (a) Hot water bath test
- (b) Hot final test methods
- (c) Cold final test methods

For the hot water bath test, each filled aerosol dispenser shall be immersed in a hot water bath.

- (i) The temperature of the water bath and the duration of the test shall be such that the internal pressure reaches that which would be exerted by its contents at a uniform temperature of 50 °C.
- (ii) Any aerosol dispenser showing visible permanent distortion or a leak must be rejected.

More information is provided in the *FEA Guide on Hot Water Bath Testing and Its Alternatives*.

As the speed of attainment of the necessary pressure level will vary with the composition of the product, the type and size of container and certain features of the water bath, it is important that checks should be made to ensure that conditions are being met at all times. It is the purpose of this test method to provide a checking procedure to meet this need.

The method consists of measuring accurately the equilibrium pressure at 50°C of carefully prepared samples and comparing the actual pressures of comparable production samples after placing in, or passing through, the water bath under standard conditions of time/line speed and temperature. This will enable a check to be made on whether the standard is being achieved.

In carrying out this test, it is very important that the measurement of pressure is undertaken without any disturbance of the container. As the liquid contents may not have reached equilibrium temperature in the normal dwell time of the bath, any slight mixing of the contents is liable to produce an immediate fall in temperature and, therefore, of pressure in the gaseous phase.

Scope

This method may be used on any production line with all types of aerosol dispensers filled on that line.

Apparatus

Pressure gauge measuring 0.1 bar
Water bath maintained at nominal minimum 50°C

Procedure

Safety precautions

In carrying out this test operatives should wear approved eye protection and gloves when handling samples from the water bath.

- 1) Select, mark and weigh nine containers and valves.
- 2) Fill nine samples on the production line, reweighing after each filling stage to check that the weight of each component is within specification. Where purging is carried out, check that the efficiency of purging is within the prescribed tolerance of the filling equipment by measuring the equilibrium pressure of three samples at 25°C according to standard FEA 604. Record all weight and pressures.
- 3) Determine the equilibrium pressure at 50°C according to standard FEA 604, using another three of the prepared samples.
- 4) Ensure the water heating and circulation is in operation and that the conveyor belt has been running for such time to give temperature equilibrium at bath conditions.
- 5) Pass three remaining filled samples through the bath.
- 6) Measure internal pressure of the samples as they emerge from the bath by taking a gauge to the can which must not be shaken.
- 7) Record the measured pressures of the three samples.
- 8) If any measured pressure is lower than the equilibrium pressure (stage 3), either raise the bath temperature or reduce the speed of the conveyor.
- 9) Repeat main procedures (except stage 3) under the new bath conditions and with new samples.
- 10) When the measured pressures (stage 6) are at least equal to the equilibrium pressure (stage 3), record the bath conditions, i.e. bath temperature, water level, circulation rate and container transit time.

Reporting

The test report should include a full description of the formula, packaging specification and fill level in addition to the plant and bath conditions that produced the equilibrium pressure in the samples.

Notes

The bath conditions should be checked at regular intervals.

The testing may be complicated in situations where compressed gas is used. The relationship between time, temperature and solubility need to be explored before undertaking the test.

For products which form a stable foam in the head space, the rate in rise of pressure will be much slower than for a purely gaseous head space.

Whilst the method is written for manufacturing installations which have a water bath as part of the production line, the method can be readily adapted to allow production samples to be immersed in separate water baths for a given time at a given temperature. Avoidance of shaking samples is equally important in this situation.

Rechecking of the conditions must be undertaken following any change in product or container size.

Fillers should be aware of the importance of bath temperature in influencing the speed of attainment of correct pressure levels. Small rises in bath temperature can reduce the necessary dwell time considerably.

Standards correspondants

FEA 606 E Filled aerosol packs – Water bath testing –
Verification of conformity with legislation

FEA 606 D Gefüllte Aerosolverpackungen – Wasserbadprüfung –
Eine Prüfmethode zur Einhaltung der gesetzlichen Normen

Introduction

Selon les prescriptions de la Directive 75/324/CEE, les générateurs d'aérosols doivent subir un essai final selon l'une des méthodes suivantes:

- a) Épreuve du bain d'eau chaude
- b) Méthodes d'essai final à chaud
- c) Méthodes d'essai final à froid

Pour l'épreuve du bain d'eau chaude, chaque générateur d'aérosol conditionné doit être immergé dans un bain d'eau chaude.

- (i) La température de l'eau et le temps de séjour dans le bain doivent être tels qu'ils permettent à la pression interne du générateur d'aérosol d'atteindre celle exercée par le contenu à une température uniforme de 50°C.
- (ii) Tout générateur d'aérosol présentant une déformation visible et permanente ou une fuite doit être rejeté.

Plus d'information est fournie dans le *FEA Guide on Hot Water Bath Testing and Its Alternatives* (en anglais uniquement).

Comme la vitesse pour atteindre le niveau de pression nécessaire variera avec la composition du produit, le type et la taille du récipient, et certains éléments du bain d'eau, il est important de faire des vérifications pour s'assurer que les conditions ont été respectées tout le temps. Le propos de cette méthode de test est de fournir une procédure de vérification pour répondre à ce besoin.

La méthode consiste à mesurer avec précision la pression d'équilibre à 50°C d'échantillons préparés avec soin, et de comparer avec les pressions réelles d'échantillons comparables après qu'on les ait placés ou fait passer dans le bain d'eau dans les conditions standards de temps, de vitesse de ligne et de température. Ceci permettra de contrôler si le standard a été atteint.

En conduisant ce test, il est très important que la mesure de pression soit entreprise sans aucune agitation du récipient. Comme le contenu liquide peut ne pas avoir atteint la température d'équilibre dans le temps normal de séjour dans le bain, tout léger mélange des contenus est susceptible de produire une chute immédiate de température et par conséquent de la pression dans la phase gazeuse.

Domaine d'application

Cette méthode peut être utilisée sur n'importe quelle ligne de production, avec tous les types d'aérosols remplis sur la ligne.

Appareillage

Manomètre sensible à 0,1 bar

Bain d'eau maintenu à une température nominale minimale de 50°C

Mode opératoire

Mesures de sécurité

En conduisant ce test, les opérateurs devront porter des lunettes de protection et des gants lorsqu'ils retireront les échantillons du bain d'eau.

- 1) Choisir, marquer et peser neuf réipients et leurs valves.
- 2) Remplir neuf échantillons sur la ligne de production, les repesant après chaque étape du remplissage pour vérifier que le poids de chaque composant est dans la spécification. Lorsque l'on pratique une purge, vérifier que l'efficacité de la purge est dans la tolérance prescrite de l'équipement de remplissage en mesurant la pression d'équilibre de trois échantillons à 25°C suivant la méthode FEA 604. Enregistrer tous les poids et pressions.
- 3) Déterminer la pression d'équilibre à 50°C suivant la méthode FEA 604 en utilisant trois autres des échantillons préparés.
- 4) S'assurer que le chauffage et la circulation de l'eau sont en marche, et que le convoyeur a fonctionné suffisamment longtemps pour donner aux conditions du bain, la température d'équilibre.
- 5) Faire passer dans le bain les trois échantillons restants.
- 6) Mesurer la pression interne des échantillons lorsqu'ils sortent du bain en plaçant le manomètre sur le boîtier qui ne doit pas être agité.
- 7) Enregistrer les pressions mesurées sur les trois échantillons.
- 8) Si l'une des pressions mesurées est inférieure à la pression d'équilibre (voir étape 3), augmenter la température du bain ou réduire la vitesse du convoyeur.
- 9) Répéter les procédures précédentes (sauf l'étape 3) dans les nouvelles conditions du bain avec de nouveaux échantillons.
- 10) Lorsque les pressions mesurées (voir étape 6) sont au moins égales à la pression d'équilibre (étape 3), enregistrer les conditions du bain, à savoir la température du bain, le niveau d'eau, la vitesse de circulation, et le temps de traversée du réipient.

Procès-verbal

Le rapport de test devra comprendre une description complète de la formule, la spécification de l'emballage et le niveau de remplissage en plus des conditions d'usine et de bain qui produisent la pression d'équilibre des échantillons.

Notes

Les conditions du bain et la température du produit et du propulseur doivent être vérifiées à intervalles réguliers.

Le test peut être compliqué dans les cas où des gaz comprimés sont utilisés. Il sera nécessaire d'explorer les relations entre temps, température et solubilité, avant d'entreprendre le test.

Pour les produits formant une mousse stable dans le volume libre, la vitesse de montée en température sera beaucoup plus lente que pour un volume libre purement gazeux.

Bien que la méthode soit écrite pour des installations de production où le bain d'eau fait partie de la ligne de production, la méthode peut être facilement adaptée pour couvrir des bains d'eau séparés dans lesquels des groupes de pièces sont immergés pour un temps et une température donnés.

Une vérification des conditions devra être entreprise à la suite de tout changement de produit ou de taille du récipient.

Les conditionneurs devront tenir compte de l'importance de la température du bain qui influe sur la vitesse pour atteindre les niveaux corrects de pression. De petites augmentations de température du bain peuvent réduire considérablement le temps de passage nécessaire.

Korrespondierende Standards

FEA 606 E Filled aerosol packs – Water bath testing –
Verification of conformity with legislation

FEA 606 F Récipients aérosols remplis – Epreuve au bain d'eau –
Vérification de la conformité à la législation

Einführung

Die Richtlinie 75/324/EWG schreibt vor, dass Aerosolverpackungen sind einem der folgenden abschließenden Prüfverfahren zu unterziehen:

- a) Prüfung in einem Heißwasserbad
- b) Abschließende Prüfverfahren mit Erhitzen
- c) Abschließende Prüfverfahren ohne Erhitzen

Für die Prüfung in einem Heißwasserbad, muss jede befüllte Aerosolverpackung in ein heißes Wasserbad getaucht werden.

- (i) Die Temperatur des Wasserbads und die Prüfdauer sind so zu wählen, dass der Innendruck den von ihrem Inhalt bei einer einheitlichen Temperatur von 50°C ausgeübten Druck erreicht.
- (ii) Jede Aerosolverpackung, die eine sichtbare, bleibende Verformung oder eine Undichtigkeit aufweist, ist auszuschneiden.

Mehr Informationen sind in der *FEA Guide on Hot Water Bath Testing and Its Alternatives* (auf Englisch nur) versorgt.

Da die Geschwindigkeit, mit der der erforderliche Druck erreicht wird, abhängig ist von der Zusammensetzung des Produktes, der Art und Größe des Behälters und gewisser Eigenschaften des Wasserbades, ist es wichtig, dass Prüfungen durchgeführt werden um sicherzustellen, dass die Bedingungen jederzeit erfüllt werden. Zweck dieser Testmethode ist die Schaffung eines Prüfverfahrens, das dieses Erfordernis erfüllt.

Die Methode besteht daraus, dass man den Gleichgewichtsdruck bei 50°C von sorgfältig vorbereiteten Proben genau mißt und die tatsächlichen Drücke von vergleichbaren Proben aus der Produktion nach Eintauchen in oder Durchlaufen durch das Wasserbad unter Standardbedingungen für Verweilzeit/Liniengeschwindigkeit und Temperatur vergleicht. Dies ermöglicht die Prüfung, ob der Standard erreicht wird.

Bei der Durchführung dieses Tests ist es sehr wichtig, dass die Druckmessung ohne Bewegung des Behälters durchgeführt wird. Da die Flüssigkeit im Behälter die Gleichgewichtstemperatur während der normalen Verweilzeit im Wasserbad evtl. noch nicht erreicht hat, kann ein leichtes Mischen des Inhaltes zu einem sofortigen Temperaturabfall und daher zu einem Druckabfall in der Gasphase führen.

Geltungsbereich

Diese Methode kann bei jeder Produktionslinie für alle Aerosolbehälter, die auf dieser Linie abgefüllt werden, angewandt werden.

Geräte

Druckmesser mit einer Genauigkeit von 0,1 bar

Wasserbad bei einer nominalen Temperatur von mindestens 50°C

Verfahren

Sicherheitsmaßnahmen

Bei der Durchführung dieses Tests sollten die Prüfer vorgeschriebenen Augenschutz und Handschuhe tragen, wenn sie die Probebehälter aus dem Wasserbad herausheben.

- 1) Neun leere Behälter und Ventile auswählen, markieren und wiegen.
- 2) Neun Proben auf der Produktionslinie abfüllen und nach jeder Füllphase nochmals wiegen, um festzustellen, ob das Gewicht jedes Bestandteils innerhalb der Spezifikationen liegt. Wenn die Luft aus den Aerosolbehältern mittels Gas vor dem Füllen herausgedrückt wird, ist zu prüfen, ob die Effektivität dieses Vorganges innerhalb der vorgeschriebenen Toleranz der Füllgeräte liegt, indem man den Gleichgewichtsdruck von 3 Proben bei 25°C nach der FEA-Methode Nr. 604 prüft. Alle Gewichte und Drücke registrieren.
- 3) Den Gleichgewichtsdruck bei 50°C nach der FEA-Methode Nr. 604 mit 3 weiteren der vorbereiteten. Proben feststellen.
- 4) Sicherstellen, dass die Wassererwärmung und die Zirkulation in Betrieb sind, und dass das Förderband während dieser Zeit gelaufen ist, damit das Temperaturgleichgewicht im Wasserbad gegeben ist.
- 5) Die restlichen drei abgefüllten Proben durch das Wasserbad geben.
- 6) Den Innendruck der Proben messen, wenn sie aus dem Wasserbad herauskommen, indem man den Druckmesser an die Dose ansetzt, ohne dass diese geschüttelt wird.
- 7) Die gemessenen Drücke der drei Proben registrieren.
- 8) Wenn ein gemessener Druck niedriger liegt als der Gleichgewichtsdruck (Schritt 3), entweder die Wasserbadtemperatur erhöhen oder die Geschwindigkeit des Förderbandes reduzieren.
- 9) Die Hauptverfahren (außer Schritt 3) unter den geänderten Wasserbadbedingungen und mit neuen Proben wiederholen.
- 10) Wenn die gemessenen Drücke (Schritt 6) wenigstens mit dem Gleichgewichtsdruck (Schritt 3) gleich sind, die Wasserbadbedingungen i.e. Wasserbadtemperatur, Wasserbadhöhe, Zirkulationsrate und Durchlaufzeit der Behälter registrieren.

Berichterstattung

Der Prüfbericht sollte die volle Rezeptur, die Verpackungsspezifikationen und die Füllhöhe angeben, zusätzlich zu den Vorrichtungs- und Wasserbadbedingungen, mit dem der Gleichgewichtsdruck in den Proben hergestellt wurde.

Bemerkungen

Die Wasserbadbedingungen sollten in regelmäßigen Abständen geprüft werden.

Das Prüfen kann schwierig sein, wenn komprimiertes Gas verwendet wird. Das Verhältnis zwischen Zeit, Temperatur und Löslichkeit muß untersucht werden, bevor die Prüfung durchgeführt wird.

Bei Produkten, die einen dauerhaften Schaum im Kopfraum bilden, erhöht sich der Druck viel langsamer als wenn der Kopfraum aus reinem Gas besteht.

Während die Methode für Herstellungsbetriebe mit einem Wasserbad in der Produktionslinie gedacht ist, kann die Methode auch leicht dahingehend abgewandelt werden, dass Proben aus der Produktion in separate Wasserbäder für eine gegebene Zeit mit einer gegebenen Temperatur getaucht werden. Auch hier ist es genauso wichtig, daß die Proben nicht geschüttelt werden.

Die Bedingungen müssen nach jeder Änderung des Produktes oder der Behältergröße überprüft werden.

Die Abfüller sollten sich bewußt sein, wie wichtig die Wasserbadtemperatur bei der Beeinflußung der Geschwindigkeit für das Erreichen der richtigen Drücke ist. Schon eine geringe Erhöhung der Wasserbadtemperatur kann die erforderliche Verweilzeit erheblich senken.