
Corresponding Standards

FEA 643 F Récipients aérosols remplis – Mesure du débit

FEA 643 D Gefüllte Aerosolverpackungen – Bestimmung der Sprührate

Scope

This method is applicable to the majority of aerosols marketed at the present time. It may be used with discretion for packs fitted with vapour phase taps where there will be a continually changing composition as the contents are discharged. It is not suitable for use in the inverted position for packs with vapour phase taps as there will be an erratic discharge dependant upon the liquid content of the dip tube. It is important that discharge tests shall follow the instructions for use appearing on the container. Where containers are intended to be used in an inverted position, it is vital that the test shall done in that way. The method is not intended for use with metering valves.

Principle

The discharge rate of an aerosol dispenser is determined by measuring the quantity of material expelled through the valve in the given time. The exact duration of discharge, normally 10 seconds, and the temperature of the dispenser must be carefully controlled for good reproduceability. Normally the test is repeated twice to give three determinations but in the case of products filled with vapour phase tap valves, it is preferable to reduce the time interval to 5 seconds and the number of determinations to two. This change is to minimise the variation in composition that will occur as the contents are sprayed off. Obviously, there must be some loss of accuracy using the shorter duration.

An alternative procedure is also given whereby the discharge rate is determined at different stages in the life of the can (e.g. 90%, 70%, 50%, 30% and 10% fill) which then allows the value to be plotted graphically. Where the composition is changing with the emptying of the packs, this offers a particular convenient way of showing the effect of this change.

In the case of storage test samples, a single test is normally performed at each examination to conserve the contents.

Apparatus

A hot water bath held at $25 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$, a stop watch accurate to 0.2 second, a balance weighing to 0.1 g and a pressure gauge accurate to 0.5 bar are required.

Procedure

- a) Aerosol samples shall be obtained. They may be randomly selected from production after hot water bath testing or from carefully prepared experimental batches. In the case of the latter, filling of each component should be better than $\pm 0.5\%$ of the specification. They may be single samples.
- b) Defective samples such as packs failing hot water bath testing, packs having incorrectly aligned valves or blocked valves shall be rejected.
- c) The valve of the aerosols shall be handled according to label instructions and the valve shall be operated for five seconds to remove material in the dip tube which may not be homogeneous with the bulk of the filling.
- d) The aerosols shall be immersed in a water bath maintaining at $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$ for half an hour or for sufficiently long for the contents to attain the temperature of the water bath.
- e) The aerosols shall be removed from the water bath wiped completely dry, the valve operated for one second to remove any water in the valve, the internal pressures of the packs shall be measured and then the packs shall be weighed to within 0.1 g.
- f) The aerosols shall then be shaken for 3 seconds by hand or other suitable means and the valve shall be fully operated for ten seconds timed by the stop watch. During the discharge the aerosols shall be positioned as indicated in the instructions for use.
- g) The aerosols shall be wiped clean of any liquid and reweighed to within 0.1 g.
- h) Procedures (d) to (f) shall be repeated twice more and the internal pressure of the packs shall be measured again.

Calculation

The difference in weights derived from procedure (g) and procedure (e) shall be divided by 10 (seconds).

Results should not differ by more than 0.1 g from the mean of the three results. If a greater difference is found at least two more readings should be taken.

Reporting

Report valve discharge rates as grams per second at the mean pressure of the pack obtained. The method e.g. 3 x 10 seconds, 2 x 5 seconds or 1 x 5 seconds (90%...50%...10%) spray etc. shall be quoted together with references to the formula code, container specification, full valve specification, and initial level of fill.

Notes

- 1) Where discharge rates are to be determined at various stages of pack life, it is advisable to allow the pack to reach equilibrium at 25°C in the water bath, shake and spray for 5 seconds, reshake vigorously and respray for another 5 seconds and replace in water bath. This procedure may then be repeated until the correct pack content is reached. This rather tedious procedure avoids errors arising from the fall in temperature of the contents of the pack during prolonged spraying.
- 2) Results may show variations from sample to sample that are greater than might be expected from normal manufacturing tolerances. This may be due to the additional variable of orifice diameter.
- 3) The discharge rate of freshly prepared aerosols will not normally be the same as for samples allowed to mature due to the effect of solvents on the gasket.

Standards correspondants

FEA 643 E Filled aerosol packs – Measurement of discharge rate

FEA 643 D Gefüllte Aerosolverpackungen – Bestimmung der Sprühdhate

Objectif

La méthode est applicable à la majorité des aérosols actuellement commercialisés. Elle peut être utilisée avec discernement pour les emballages comportant des valves à prise de gaz additionnelle dont la composition change continuellement au fur et à mesure de l'utilisation. Elle ne convient pas pour l'utilisation en position renversée des emballages comportant des valves à prise de gaz additionnelle car il y aurait des taux de restitution erratiques en raison du liquide retenu dans le tube plongeur. Il est important que les essais de restitution soient effectués en tenant compte des recommandations d'emploi figurant sur les réceptifs, lorsque ces recommandations y sont inscrites. Lorsque les réceptifs doivent être utilisés en position renversée, il est impératif que l'essai soit fait de cette façon. Cette méthode n'est pas applicable aux valves doseuses.

Principe

Le taux de restitution d'un réceptif aérosol est déterminé par la mesure de la quantité de produit expulsé par la valve en un temps donné. La durée exacte de décharge, normalement de 10 secondes et la température du réceptif doivent être soigneusement contrôlées pour que les mesures soient reproductibles. Normalement, l'essai est répété deux fois afin d'obtenir trois valeurs, mais en cas de produits comportant des valves à prise de gaz additionnelle, il est préférable de réduire le temps à cinq secondes et le nombre des mesures à deux. Cette modification a pour but de minimiser les variations de composition qui ne manquent pas de se produire lorsque le contenu de l'aérosol est pulvérisé. En raccourcissant la durée du test, on augmente ainsi sa précision.

Une autre procédure consiste à déterminer le taux de restitution à différents stades de la vie du réceptif aérosol (par exemple à 90 %, 70 %, 50 %, 30 % et 10 % de remplissage). Les différentes valeurs peuvent être enregistrées sur un graphique. Quand la composition change au fur et à mesure que l'emballage se vide, cette méthode est particulièrement intéressante, car elle indique la façon dont se fait ce changement.

Dans le cas d'essai sur des réceptifs en cours de vieillissement, on ne pratique généralement qu'un test unique afin de conserver le contenu.

Appareillage

Un bain marie maintenu à $25 \pm 0,5^\circ\text{C}$, un chronomètre à 0,2 seconde, une balance pesant à 0,1 g près, un manomètre gradué à 0,5 bar.

Procédure

- a) On devra prélever des échantillons d'aérosols. Ces échantillons seront prélevés au hasard de la production, après passage au bain d'eau chaude, ou bien ce seront des échantillons expérimentaux soigneusement préparés. Dans ce dernier cas, le remplissage de chaque composant devra être effectué avec une précision égale ou supérieure à $\pm 0,5 \%$ de la spécification. Il peut s'agir d'échantillons isolés.
- b) Les échantillons défectueux, tels ceux n'ayant pas été acceptés au bain d'eau chaude, ou ceux présentant des valves incorrectement montées ou ne fonctionnant pas, seront rejetés.
- c) La valve des aérosols devra être déclenchée conformément aux instructions de l'étiquette et la valve sera actionnée pendant cinq secondes pour éliminer le produit contenu dans le tube plongeur qui pourrait ne pas être homogène par rapport à l'ensemble du remplissage.
- d) Les aérosols seront immergés dans un bain d'eau maintenu à $25 \pm 0,5^\circ\text{C}$ pendant une demi-heure ou suffisamment longtemps pour que le contenu atteigne la température du bain.
- e) Les aérosols seront retirés du bain-marie et essuyés jusqu'à siccité complète. La valve sera actionnée pendant une seconde pour chasser l'eau de la valve. La pression interne sera mesurée, après quoi les emballages seront pesés à 0,1 g près.
- f) Les aérosols seront alors agités pendant trois secondes à la main où à l'aide d'un dispositif appropriée. La valve sera ensuite actionnée complètement pendant dix secondes mesurées au chronomètre. Durant la restitution, les aérosols devront être dans la position recommandée par le mode d'emploi.
- g) Les aérosols seront essuyés pour éviter toute trace de liquide et seront repesés à 0,1 g près.
- h) Les opérations (d) à (f) seront répétées deux fois encore et la pression interne des emballages sera à nouveau mesurée.

Calcul

La différence de poids enregistrée entre les phases (g) et (e) sera divisée par dix (secondes). Les résultats ne devraient pas différer (pour le même emballage) de plus de 0,1 g de la moyenne des trois résultats. Si on trouve une différence plus grande, deux autres mesures au moins devront être faites.

Enregistrement des résultats

Enregistrer les taux de décharge des valves en grammes par seconde, à la pression moyenne à laquelle ils ont été obtenus. La méthode comme par exemple 3 x 10 secondes, 2 x 5 secondes ou 1 x 5 secondes (90 %...50 %...10 %) de vaporisation etc. sera mentionnée avec les renseignements sur le code de la formule, les spécifications du réceptif, les spécifications complètes de la valve, et le niveau de remplissage initial.

Notes

- 1) Quand le débit doit être déterminé à différents stades de la vie de l'emballage, il est recommandé de permettre à l'emballage d'atteindre l'équilibre à 25°C dans un bain d'eau, de le secouer et de pulvériser pendant cinq secondes, de l'agiter à nouveau vigoureusement, de pulvériser à nouveau pendant cinq secondes, puis de le replacer dans le bain. Cette procédure sera répétée jusqu'à ce que le taux de remplissage choisi soit atteint. Cette procédure, un peu longue et fastidieuse, évite les erreurs provoquées par la chute de température du contenu de l'emballage pendant une pulvérisation de longue durée.
- 2) Les résultats peuvent montrer des différences d'échantillon à échantillon qui sont plus grandes que celles auxquelles on pouvait s'attendre à la suite d'un conditionnement industriel normal. Ce dépassement de tolérances peut être dû à une variation additionnelle du diamètre de l'orifice.
- 3) Le débit des aérosols fraîchement préparés ne sera pas normalement le même que celui d'échantillons ayant subi un début de vieillissement en raison de l'action des solvants sur le joint interne des valves.

Korrespondierende Standards

FEA 643 E Filled aerosol packs – Measurement of discharge rate

FEA 643 F Récipients aérosols remplis – Mesure du débit

Anwendungsbereich

Diese Methode kann bei den meisten derzeit auf dem Markt befindlichen Aerosolen angewendet werden. Nach Belieben kann sie für Dosen mit VPH-Gehäuse angewendet werden, bei denen sich die Zusammensetzung der Bestandteile beim Sprühen ständig verändert. Die Methode ist nicht geeignet für Behälter mit VPH-Gehäuse, die mit dem Ventil nach unten verwendet werden, da es hierbei zu unregelmässiger Versprühung kommt, was von der jeweiligen Flüssigkeit im Steigrohr abhängt. Es ist wichtig, für die Sprühprüfung die Gebrauchsanweisung auf der Dose genau zu beachten; sollen Behälter zur Benutzung auf den Kopf gestellt werden, so muß dies im Text berücksichtigt werden. Die Methode ist nicht für Dosierventile geeignet.

Prinzip der Methode

Die Sprütrate eines Aerosolbehälters wird bestimmt durch Messen der Materialmenge, die in einem bestimmten Zeitraum vom Ventil freigegeben wird. Um eine gute Reproduzierbarkeit zu erzielen, müssen Sprühdauer (normalerweise 10 sec.) und Behältertemperatur genauestens kontrolliert werden. Normalerweise wird die Prüfung zweimal wiederholt, so dass drei Werte vorliegen, aber bei Produkten mit VPH-Gehäuse ist es empfehlenswert, die Sprühzeit auf 5 sec. zu verkürzen und nur zwei Messungen vorzunehmen. Diese Änderung verringert die Veränderung der Zusammensetzung, die beim Versprühen des Inhalts auftritt. Es ist klar, dass bei verkürzter Sprühzeit die Genauigkeit etwas beeinträchtigt wird.

Eine Alternativmethode ist die Bestimmung der Sprütrate bei verschiedenen Altersstufen der Dose (z.B. bei 90 %, 70 %, 50 %, 30 % und 10 % Füllung). Hierbei können die Ergebnisse graphisch festgehalten werden. In Fällen, in denen sich bei zunehmender Leerung des Behälters die Zusammensetzung ändert, bietet diese Methode eine gute Möglichkeit, die Auswirkung dieser Veränderung zu zeigen.

Mit Lagertestmustern wird im allgemeinen nur eine Prüfung durchgeführt, um den Inhalt zu erhalten.

Geräte

Ein Heißwasserbad, das auf $25 \pm 0,5^\circ\text{C}$ gehalten wird, eine Stoppuhr mit einer Genauigkeit von 0,2 sec, eine auf 0,1 g genau wiegende Waage und ein auf 0.5 bar genau messendes Druckmeßgerät werden benötigt.

Arbeitsweise

- a) Die Aerosolmuster werden willkürlich ausgewählt, z.B. aus der Produktion nach dem Heißwasserbadtest oder aus sorgfältig für Versuchszwecke hergestellten Ansätzen. Im letzten Falle sollte die Einfüllung der Bestandteile genauer als $\pm 0,5\%$ der Vorschrift sein. Es können Einzelmuster verwendet werden.
- b) Defekte Muster, wie z.B. Behälter, die den Heißwasserbadtest nicht bestanden, Behälter mit falsch aufgesetzten oder verstopften Ventilen, werden aussortiert.
- c) Das Ventil des Aerosolbehälters wird entsprechend der Gebrauchsanweisung auf dem Etikett bedient. Das Ventil ist 5 sec. lang zu betätigen zur Entfernung des Materials im Steigrohr, das eventuell keine homogene Mischung des übrigen Doseninhalts beinhaltet.
- d) Die Behälter werden eine halbe Stunde lang, oder lange genug um den Inhalt auf die Temperatur des Wasserbades von $25 \pm 0,5^\circ\text{C}$ zu erwärmen, eingetaucht.
- e) Behälter aus dem Wasser nehmen, ganz trockenwischen, Ventil eine Sekunde lang zur Entfernung von Wasser aus dem Ventil bedienen. Den Innendruck der Behälter messen und sie dann auf 0,1 g genau wiegen.
- f) Behälter 3 Sekunden lang von Hand oder auf eine andere geeignete Weise schütteln, das Ventil zehn Sekunden lang (mit der Stoppuhr kontrollieren) voll durchdrücken. Beim Sprühvorgang die Behälter in der auf der Gebrauchsanweisung angegebenen Position halten.
- g) Alle Flüssigkeitsspuren sorgfältig von den Behältern abwischen und erneut auf 0,1 g genau wiegen.
- h) die Vorgänge d) und f) werden noch zweimal wiederholt und der Innendruck wird erneut gemessen.

Berechnung

Die Gewichts Differenz aus den Vorgängen g) und e) wird durch 10 (sec.) dividiert. Die Einzelergebnisse sollten um nicht mehr als 0,1 g vom Durchschnittswert der drei Ergebnisse differieren. Ist die Differenz größer, sollten mindestens noch zwei Messungen vorgenommen werden.

Bericht

Die Ventilsprühraten sind in g/sec. beim ermittelten Durchschnittsdruck des Behälters anzugeben. Die Methode, z.B. 3 x 10 sec, 2 x 5 sec. oder 1 x 5 sec. sprühen (90%... 50%...10%), muß neben Hinweisen zum Rezeptschlüssel, Verpackungsspezifikationen, ausführliche Ventilspezifikationen und Anfangsfüllhöhe angegeben werden.

Bemerkungen

- 1) Wenn die Sprütrate bei verschiedenen Altersstufen des Behälters bestimmt werden soll, ist es ratsam, den Behälter im Wasserbad gleichmäßig auf 25°C zu bringen, danach schütteln, fünf Sekunden lang sprühen, nochmals kräftig schütteln, erneut fünf Sekunden lang sprühen und ins Wasserbad zurückstellen. Dieser Vorgang kann so oft wiederholt werden, bis die gewünschte Inhaltsmenge erreicht ist. Durch diese ziemlich langwierige Arbeitsweise werden Fehler, die durch den Temperaturabfall des Behälterinhalts bei längerem Sprühen entstehen, vermieden.
- 2) Die Ergebnisse der einzelnen Muster können stärker voneinander abweichen als dies auf Grund der üblichen Herstellungstoleranzen zu erwarten ist. Der Grund hierfür kann die zusätzliche Variable des Öffnungsdurchmessers sein.
- 3) Die Sprütrate frisch hergestellter Aerosole unterscheidet sich normalerweise von der älterer Muster auf Grund der Wirkung des Lösungsmittels auf die Dichtung.