

Corresponding Standards

FEA 651 F Récipients aérosols métalliques et valves – Méthode d'évaluation du recouvrement intérieur

FEA 651 D Aerosolverpackungen und Ventile aus Metall – Bewertung der internen Lackbeschichtung

Introduction

Coatings are used for the protection of metals from corrosive influences. These tests provide the means to evaluate the integrity of coverage of a coating applied to the internal surfaces of a metal aerosol container or a valve's mounting cup. One test relies on the chemical interaction between a reagent and any exposed metal surface, the other on measuring electrical conductivity.

Whilst these tests are suitable for checking or control use, either by manufacturer or user, it is not intended as a basis for indicating the potential shelf life of new formulations.

1. Chemical Interaction Test

Scope

This is a comparative test intended to indicate the integrity of internal coatings in metal aerosol containers. The test is also applicable to the external surface of a metal aerosol container and to the valve mounting cup surfaces with adaptation.

Apparatus

Test Solution (composition as follows):

	% w/w
Copper sulphate crystals (CuSO ₄ .5H ₂ O)	20.0
Concentrated hydrochloric acid (35%)	9.0
Demineralised/deionised water	q.s.

Distilled/deionised water.

Stop clock.

Tools to safely pierce and open out aerosol containers.

Warning:

Test preparation involves hazardous chemicals. Precautions should be taken to safeguard operators.

Procedure

Safe experimental procedures should be adopted when carrying the test.

Empty aerosol containers are filled with the test solution and allowed to stand at ambient temperature for two minutes. At the end of this period the test solution is decanted from the containers immediately and as completely as possible. The containers are rinsed with demineralised/deionised water to prevent further reaction.

The aerosol containers are opened out and examined for presence of lacquer discontinuities, which show as reddish-brown stains (copper deposition) on or under the lacquer.

Note: Care must be taken not to confuse other (normal) lacquer discoloration or inclusions (i.e. thick flakes) from the red-brown stains created by the test solution.

For comparative purposes and for preparation of demonstration samples it may be desirable to limit the action of the test solution to specific areas. This may be achieved by any suitable non-water-miscible liquid of specific gravity greater than 1.0 preventing attack on the base and lower wall sections of the container.

Reporting

A subjective assessment is made by the operative, ideally compared to a known reference sample because different materials with different coatings provide different responses.

Note: The interpretation of the results rests with the experience of the operative. Containers of commercially acceptable standard will show evidence in this test of some imperfections in lacquer coverage – this is “normal” and such containers will not necessarily exhibit trouble/problems during normal storage.

2. Electrical Conductivity Test

Scope

The object of this test is to assess the continuity of the coating by using the fact that metal exposure (due to absence of coating) can be detected by measuring the magnitude of a flow of electrical current. The magnitude of the current flow is proportional to the area of metal exposed to an electrolyte thus providing a numerical assessment (see Procedure 1).

Additionally it may also be possible to reveal the actual pores in the coating for steel/tinplate aerosol containers and valves (see Procedure 2).

When using this pore location methodology on aluminium containers, it is possible, with the same enamel rater, to easily locate the pores by reversing the polarity; in this case bubbles will appear on the pores.

Apparatus

Electrolyte solution for aluminium aerosol containers and valve's mounting cups (as follows):

	% w/w
Sodium Chloride (NaCl)	1.0
Demineralised/deionised water	q.s.

Electrolyte solution for steel/tinplate aerosol containers and valve's mounting cups (as follows):

	% w/w
Potassium Ferrocyanide ($K_4Fe(CN)_6 \cdot 3 H_2O$)	0.7
Sodium Chloride (NaCl)	0.54
Demineralised/deionised water	q.s.

Note: A wetting agent and/or an antifoam can be added.

Suitable conductivity measuring equipment (see examples below).

Procedure 1 (for both steel/tinplate and aluminium substrates)

Ensure there is a continuous conductivity.

Fill the aerosol container or the appropriate cylinder with electrolyte solution. The filling of the aerosol container with the electrolyte solution is restricted to 1 mm under the top of the curl to avoid contact with milled curl.

Ensure the surface of the aerosol container or the valve's mounting cup is properly in contact with the electrolyte. For this purpose a wetting agent can be added to the electrolyte solution.

Set the equipment power to 6.3 Volt and timer to 4 seconds for aerosol containers and 3 seconds for valve's mounting cups.

Place the anode on the outer surface of the test sample.

Record the current flow after 4 seconds for aerosol containers and 3 seconds for valves.

Repeat with further test samples as needed.

A calibration (not less than weekly) of the enamel rater is also important to ensure consistent measurement.

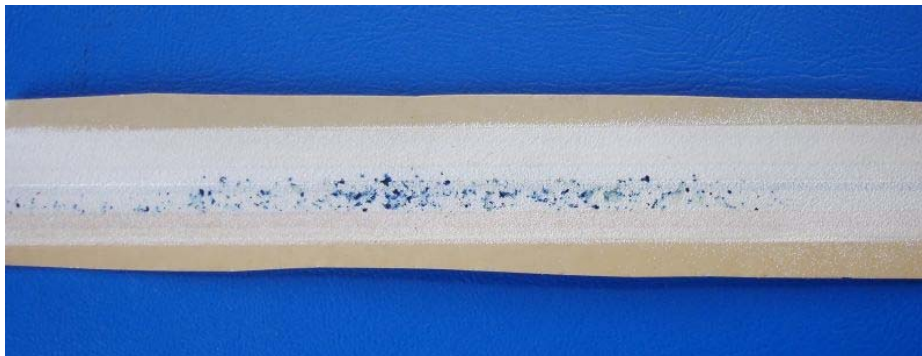
Procedure 2 (for steel/tinplate substrate only)

This second procedure can complement the results from the first procedure as appropriate.

After completion of the test in procedure 1, continue to apply 6.3 Volt on the electrodes for an extended time period (typically 20-30 seconds). It is not necessary to record the electrical current.

Empty the container.

Check the container for the blue spots indicating the presence of pores.



Example: Pores in powder side stripe

Reporting

The qualitative current flow readings are reported in mA.

A qualitative assessment is made compared to a known reference sample because different materials with different coatings provide different responses.

If applicable, the number and location of pores (blue spots) are recorded.

Example of an enamel rater for valve mounting cups.

The cathode is a stainless steel plate on which two cylindrical containers are fixed to receive the electrolytic solution and the test sample.



Figure 1: An enamel rater with the cathode

Electrical contact is created by the cathode connected to the stainless steel plate, and in contact with the electrolyte, and an anode being a metal rod in contact with the test sample. Good contact must be ensured by scratching the outer layer of the test sample in cases where this is protected by a coating.

Example of a semi-automatic enamel rater for aerosol containers

The electrical contact to the aerosol container body is created via the anodic container contacts mounted in the base of the container stand.

The electrical continuity can be automatically confirmed before test commences.

The contact with the electrolyte is made via the cathode test probe.

The test will only start when the level check probe makes contact with the electrolyte.

The gauge can automatically time the 4-second elapse before recording the current flow reading in mA.

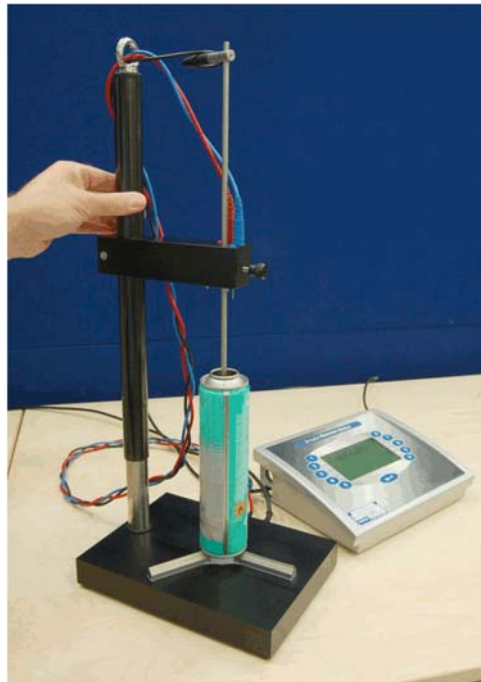


Figure 2: A semi-automatic enamel rater

Korrespondierende Standards

FEA 651 E Metal aerosol containers and valves – Assessment of internal coating coverage

FEA 651 F Récipients aérosols métalliques et valves – Méthode d'évaluation du recouvrement intérieur

Einleitung

Lackschichten werden eingesetzt, um Metall vor Korrosion zu schützen. Mit den beiden folgenden Tests kann die Unversehrtheit der Deckschicht eines Lackfilms, der auf die innere Fläche einer Aerosolverpackung oder einem Ventil aus Metall aufgetragen ist, geprüft werden. Ein Test besteht aus der chemischen Interaktion zwischen der Testlösung und der ausgesetzten Metallfläche, der andere Test aus der Messung der elektrischen Leitfähigkeit.

Diese Tests sind primär für Kontrollzwecke durch den Hersteller oder Anwender vorgesehen anstatt als Grundlage zur Bestimmung der potentiellen Haltbarkeitsdauer von neuen Formulierungen.

1. Test Chemische Interaktion

Geltungsbereich

Es handelt sich um einen vergleichenden Test, mit dem die Unversehrtheit der inneren Lackschicht in Metallaerosoldosen ermittelt werden kann. Der Test kann aber auch für die äußere Fläche der Metallaerosoldosen sowie für das (aufgeclinchte/aufgecrimpte) Ventil angewandt werden.

Geräte

Testlösung (wie folgt)

	in Gewichtsprozent
Kupfersulphatkristalle ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	20.0
Konzentrierte Salzsäure (35%)	9.0
Destilliertes/deionisiertes Wasser	q.s.

Destilliertes/deionisiertes Wasser

Stoppuhr

Geräte, um Aerosoldosen sicher zu durchbohren und zu öffnen.

Warnung:

Bei der Vorbereitung des Testes werden gefährliche Chemikalien eingesetzt. Ergreifen Sie Vorsichtsmaßnahmen, um die Sicherheit des Bedieners zu gewährleisten.

Verfahren

Bei der Durchführung des Tests sollten sichere Versuchsverfahren angewandt werden.

Die leeren Aerosoldosen werden mit der Testlösung gefüllt und zwei Minuten bei Raumtemperatur stehen gelassen. Nach Ablauf dieser Zeit wird die Testlösung schnellstmöglich und vollständig aus den Aerosoldosen durch Dekantieren entfernt. Die Behälter werden mit destilliertem/deionisiertem Wasser ausgespült, um weitere Reaktionen zu vermeiden.

Die Aerosoldosen werden aufgeschnitten und auf die Anwesenheit von Unregelmäßigkeiten im Lack untersucht, die sich als rot-braune Flecken (Kupferablagerungen) auf oder unter dem Lack zeigen.

Hinweis: Es muss darauf geachtet werden, dass die rot-braunen Flecken nicht mit anderen (normalen) Lackverfärbungen oder -einschlüssen verwechselt werden, die durch die Testlösung hervorgerufen werden können.

Für vergleichende Zwecke und zur Herstellung von Musterexemplaren kann es wünschenswert sein, den Einwirkungsbereich der Testlösung auf bestimmte Bereiche zu beschränken. Dies kann durch jede geeignete nicht wassermischbare Flüssigkeit mit einer Dichte von mehr als 1.0 erreicht werden, die den Boden und die unteren Teile des Behälters vor der Testlösung schützt.

Berichterstattung

Der Testdurchführende nimmt eine qualitative Bewertung vor, die im Idealfall einen Vergleich mit einem bekannten Referenzmuster enthält, da unterschiedliche Stoffe mit unterschiedlichen Lackschichten zu unterschiedlichen Ergebnissen führen können.

Hinweis: Die Bewertung der Ergebnisse wird von der Erfahrung des Testdurchführenden abhängen. Bereits standardisierte Behälter werden in diesem Test gewisse Mängel in der Lackschicht aufweisen – dies ist "normal" und solche Behälter werden nicht unbedingt Probleme bei der normalen Lagerung verursachen.

2. Test Elektrische Leitfähigkeit

Geltungsbereich

Das Ziel dieses Tests besteht darin, den Stromdurchgang der Beschichtung zu bewerten, indem die Tatsache genutzt wird, dass die Freilegung von Metall (aufgrund der fehlenden Beschichtung) anhand der Messung der Größe des elektrischen Stromflusses erkannt werden kann. Eine numerische Bewertung ist dadurch möglich, dass die Höhe des Stromflusses in einem proportionalen Verhältnis zur durch den Elektrolyten freigelegten Metallfläche steht (siehe Verfahren 1).

Es ist eventuell sogar möglich, die entstehenden Poren in der Beschichtung von Aerosolbehältern und Ventilen aus Stahl/Blech aufzuzeigen (siehe Verfahren 2).

Das Aufzeigen von Poren bei Aluminiumbehältern ist mit einem identischen Enamel Rater dadurch möglich, dass die Polarität umgekehrt wird. Bläschen zeigen dann die Stellen an, an denen Poren vorhanden sind.

Geräte

Elektrolytlösung für Aerosolbehälter und Ventile aus Aluminium (wie folgt):

	% w/w
Natriumchlorid (NaCl)	1.0
Destilliertes/deionisiertes Wasser	q.s.

Elektrolytlösung für Aerosolbehälter und Ventile aus Stahl/Weißblech (wie folgt):

	% w/w
Kalium-Eisenzyanid ($K_4Fe(CN)_6 \cdot 3 H_2O$)	0.7
Natriumchlorid (NaCl)	0.54
Destilliertes/deionisiertes Wasser	q.s.

Hinweis: Es kann ein Benetzungsoptimierer und/oder ein Antischaumerzeuger hinzugefügt werden.

Eine geeignete Ausstattung für die Messung der Leitfähigkeit sehen Sie weiter unten.

Verfahren 1 (sowohl für Stahl/Weißblech als auch Aluminium)

Gewährleisten Sie eine kontinuierliche Leitfähigkeit.

Füllen Sie den Aerosolbehälter bzw. den Testbehälter mit der Elektrolytlösung. Vermeiden Sie einen Kontakt des Elektrolyten mit einer gefrästen Oberfläche der 1 Zoll Öffnung in dem die Testlösung bis max. 1mm an die Öffnung heranreicht.

Stellen Sie sicher, dass die innere Fläche des Aerosolbehälters oder des Ventils vollständig vom Elektrolyten benetzt wird. Hierzu kann ein Benetzungsoptimierer eingesetzt werden.

Stellen Sie die Prüfspannung auf 6.3 Volt und die Zeituhr auf 4 Sekunden für Aerosolbehälter und auf 3 Sekunden für Ventile.

Befestigen Sie die Anode auf der äußeren Fläche des Prüfbehälters.

Notieren Sie sich den Stromfluss nach 4 Sekunden für Aerosolbehälter und nach 3 Sekunden für Ventile.

Wenn nötig wiederholen Sie die Prüfung mit weiteren Behältern.

Um verlässliche Meßwerte zu erhalten ist eine Kalibrierung des Enamel Raters (mindestens einmal pro Woche) nötig.

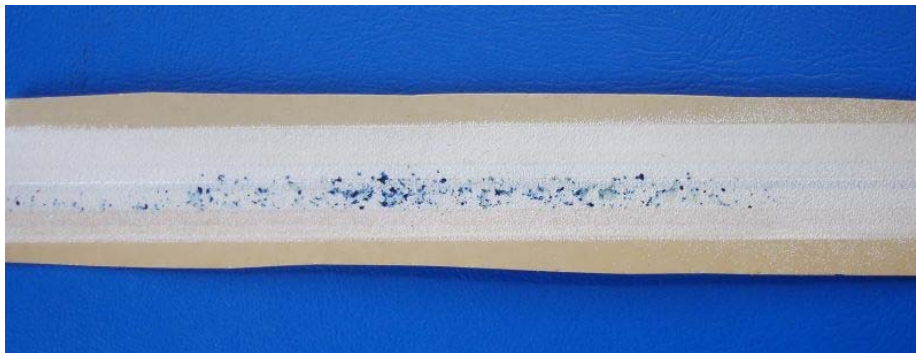
Verfahren 2 (nur für Stahl/Weißblech)

Verfahren 2 kann ergänzend zu Verfahren 1 angewandt werden.

Nach Beendigung des Tests in Verfahren 1, halten Sie den Strom von 6.3 Volt an den Elektroden für eine ausreichend lange Zeit (20-30 Sekunden) aufrecht. Der elektrische Strom muss nicht notiert werden.

Leeren Sie den Behälter.

Untersuchen Sie den Behälter nach blauen Punkten, die Poren angeben.



Beispiel: Poren in Pulverseitenstreifen

Berichterstattung

Die Stromflüsse werden in mA angegeben.

Für eine qualitative Bewertung wird mit bekannten Referenzmustern verglichen, da unterschiedliche Stoffe mit unterschiedlichen Beschichtungen unterschiedliche Ergebnisse ergeben.

Gegebenenfalls werden die Anzahl und die Stellen der Poren (blaue Punkte) festgehalten.

Beispiel eines Enamel Raters für Ventile

Die Kathode ist eine rostfreie Stahlplatte, auf der zwei zylinderförmige Behälter befestigt sind, in denen die Elektrolytlösung und die Testmuster enthalten sind.

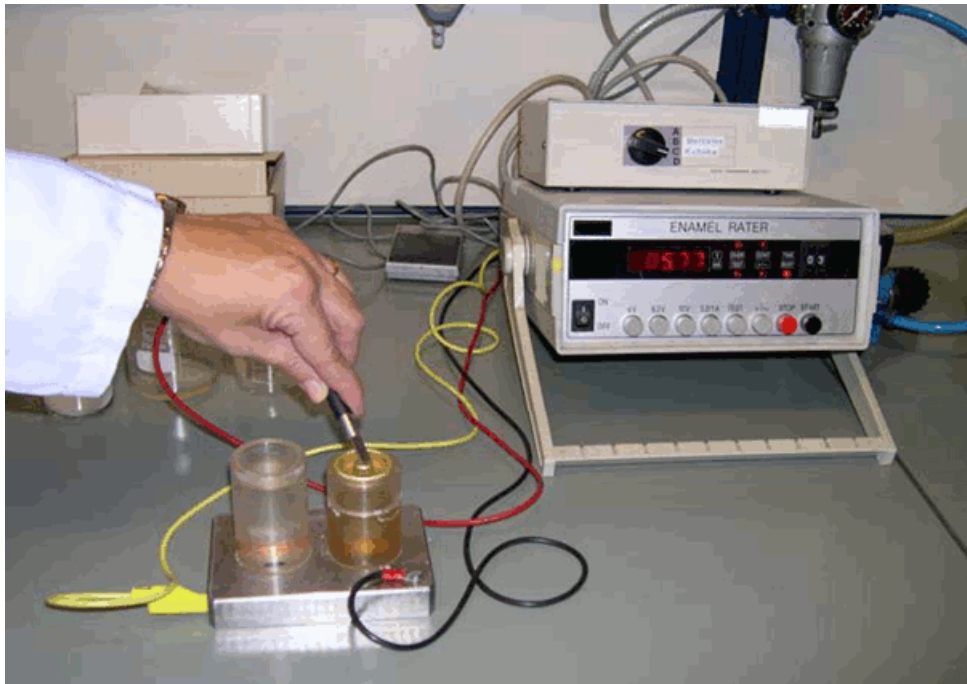


Abbildung 1: Ein Enamel Rater mit der Kathode

Der elektrische Kontakt wird durch die Kathode geschaffen, die mit der rostfreien Stahlplatte verbunden ist. Die Anode, ein Metallstift, befindet sich in Kontakt mit dem Elektrolyten und dadurch dem Testbehälter. Ein guter Kontakt zwischen Kathode und Testbehälter muss gewährleistet werden, indem die äußere Schicht des Testbehälters angekratzt wird, wenn diese durch eine Beschichtung geschützt wird.

Beispiel für halbautomatische Enamel Rater für Aerosolbehälter

Der elektrische Kontakt mit dem Aerosolbehälter wird über die Anodenkontakte des Behälters, die am Boden eines Behälterständers angebracht sind, hergestellt.

Der elektrische Stromfluss kann automatisch vor Beginn des Testes festgestellt werden.

Der Kontakt mit dem Elektrolyten wird über die Kathodentestsonde geschaffen.

Der Test beginnt nur, wenn sich die Niveauprüfsonde in Kontakt mit dem Elektrolyten befindet.

Das Messgerät kann automatisch die 4-Sekunden Prüfzeit einhalten, bevor der Stromfluss in mA abgelesen wird.

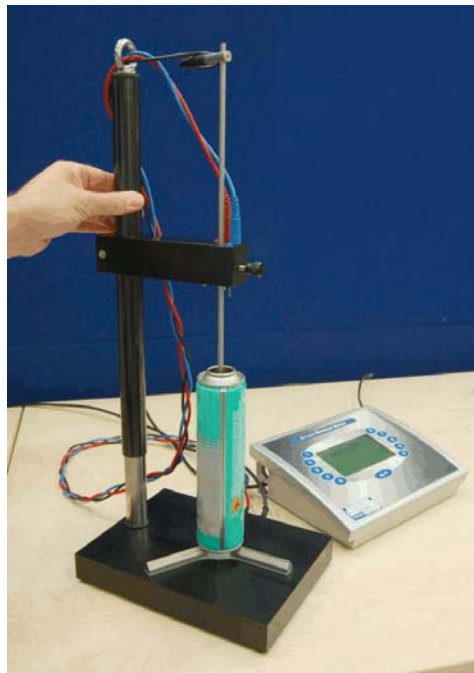


Abbildung 2: Ein halbautomatischer Enamel Rater

Standards correspondants

FEA 651 E Metal aerosol containers and valves – Assessment of
internal coating coverage

FEA 651 D Aerosolverpackungen und Ventile aus Metall –
Bewertung der internen Lackbeschichtung

Introduction

Les recouvrements sont utilisés pour protéger les métaux de la corrosion. Ces tests rassemblent les moyens d'évaluer l'intégrité d'un recouvrement appliqué sur la surface interne d'un récipient aérosol métallique ou d'une valve. Ce test s'appuie sur l'interaction chimique entre un réactif et une surface métallique exposée, l'autre sur la mesure de la conductivité électrique.

Alors que ces tests sont adaptés pour vérifier ou contrôler l'utilisation, soit par le fabricant ou l'utilisateur, ils ne sont pas destinés à servir de base pour indiquer la durée de vie potentielle de nouvelles formulations.

1. Test d'interaction chimique

Domaine d'application

C'est un test comparatif qui a pour objectif de montrer l'intégrité des recouvrements intérieurs dans des récipients aérosols métalliques. Le test est également applicable à la surface externe d'un récipient aérosol métallique et aux surfaces de coupelles de valves, avec adaptation.

Appareillage

Solution-test (composition comme suit)

	% p/p
Sulfate de cuivre en cristaux ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	20,0
Acide chlorhydrique concentré (35%)	9,0
Eau distillée/désionisée	q.s.

Eau distillée/désionisée

Chronomètre

Outils pour percer et ouvrir en toute sécurité des récipients aérosols.

Attention:

La solution-test inclut des substances chimiques dangereuses. Des précautions sont à prendre pour protéger les opérateurs.

Mode opératoire

Des modes opératoires expérimentaux sûrs devraient être adoptés pour effectuer le test.

Les réipients aérosols vides sont remplis avec la solution-test et laissés à température ambiante pendant deux minutes. A la fin de cette période, la solution-test est immédiatement vidée des réipients et ce le plus complètement possible. Les réipients sont rincés avec de l'eau distillée/désionisée pour prévenir une réaction ultérieure.

Les réipients aérosols sont ouverts et examinés pour vérifier la présence ou l'absence de discontinuités dans le recouvrement, caractérisées par des taches rouges-brunes (déposition de cuivre) sur ou sous le recouvrement.

Note : Prendre soin de ne pas confondre avec d'autres décolorations ou inclusions (normales) (exemple : une surépaisseur localisée) générant des taches brunes créées par la solution-test.

Pour faciliter la comparaison ainsi que la préparation d'échantillons de démonstration, il peut être préférable de limiter l'action de la solution-test à des zones spécifiques. Cela peut être réalisé par n'importe quel liquide adéquat, non-miscible à l'eau et de densité plus grande que 1.0, prévenant l'attaque sur la base et les sections de la paroi inférieure du réipient.

Rapport

Une évaluation qualitative est réalisée par l'opérateur, idéalement comparée à un échantillon de référence connu parce que des matériaux différents avec des recouvrements différents donnent des réponses différentes.

Note : L'interprétation des résultats dépend de l'expérience de l'opérateur. Il est possible qu'à l'occasion de ces essais, les réipients présentent des traces d'imperfections en référence aux normes commercialement acceptable de la couverture du vernis. Ceci est "normal" et de tels réipients ne généreront pas nécessairement des difficultés/problèmes durant un stockage normal.

2. Test de la conductivité électrique

Domaine d'application

L'objet de ce test est d'évaluer la continuité du recouvrement en mettant à profit le fait que l'exposition aux métaux (en raison de l'absence de revêtement) peut être détectée en mesurant un courant électrique. L'intensité du courant est proportionnelle à la surface métallique exposée à un électrolyte fournissant ainsi une valeur (voir Procédure 1).

Eventuellement, il est également possible de localiser la position des pores dans le recouvrement pour les réipients aérosols en acier/fer blanc et les valves (voir Procédure 2).

Concernant la méthodologie de localisation des pores sur les réipients en aluminium, il est possible, avec le même porosimètre, de repérer facilement les pores en inversant la polarité; dans ce cas des bulles apparaissent à l'emplacement des pores.

Appareillage

Solution d'électrolyte pour les réipients et valves aérosols en aluminium (comme suit) :

	% p/p
Chlorure de sodium (NaCl)	1,0
Eau distillée/désionisée	q.s.

Solution d'électrolyte pour les réipients et valves aérosols en acier/fer blanc (comme suit) :

	% p/p
Ferrocyanure de potassium ($K_4Fe(CN)_6 \cdot 3 H_2O$)	0,7
Chlorure de sodium (NaCl)	0,54
Eau distillée/désionisée	q.s.

Note: Un agent mouillant et/ou un anti-mousse peut être ajouté.

Equipement approprié de mesure de conductivité (voir exemples ci-dessous).

Procédure 1 (à la fois pour l'acier/le fer blanc et l'aluminium)

S'assurer qu'il y a une conductivité en continu.

Remplir le réipient aérosol ou le tube avec une solution d'électrolyte. Le remplissage de l'aérosol avec la solution d'électrolyte est limité à 1 mm sous la partie supérieure du col pour éviter tout contact avec le col lamé.

S'assurer que la surface du réipient aérosol ou de la valve est correctement en contact avec l'électrolyte. À cette fin, un agent mouillant peut être ajouté à la solution d'électrolyte.

Régler l'alimentation de l'équipement à 6,3 volts et le minuteur à 4 secondes pour les réipients aérosols et 3 secondes pour les valves.

Placer l'anode sur la surface extérieure de l'échantillon d'essai.

Noter l'intensité du courant après 4 secondes pour les réipients aérosols et 3 secondes pour les valves.

Répéter sur d'autres échantillons d'essai selon les besoins.

Un étalonnage (au moins hebdomadaire) du porosimètre est également important pour assurer la répétabilité de la mesure.

Procédure 2 (seulement pour l'acier/le fer blanc)

Le cas échéant, cette seconde procédure peut éventuellement compléter la première procédure.

Après l'exécution de l'essai selon la Procédure 1, continuer à appliquer 6,3 volts sur les électrodes pendant une période de temps suffisamment longue (20-30 secondes). Il n'est pas nécessaire de noter l'intensité du courant.

Vider le réipient.

Vérifier les points bleus indiquant la présence de pores sur le réipient.



Exemple: Pores dans une bande latérale de poudre.

Rapport

Les relevés d'intensité de courant qualitatifs sont rapportés en mA.

Une évaluation qualitative est réalisée par l'opérateur, idéalement comparée à un échantillon de référence connu parce que des matériaux différents avec des revêtements différents donnent des réponses différentes.

Le cas échéant, le nombre et l'emplacement des pores (points bleus) sont enregistrés.

Exemple d'un porosimètre pour valves

La cathode est une plaque en acier inoxydable sur laquelle deux récipients cylindriques sont fixés pour recevoir la solution d'électrolyte et l'échantillon d'essai.

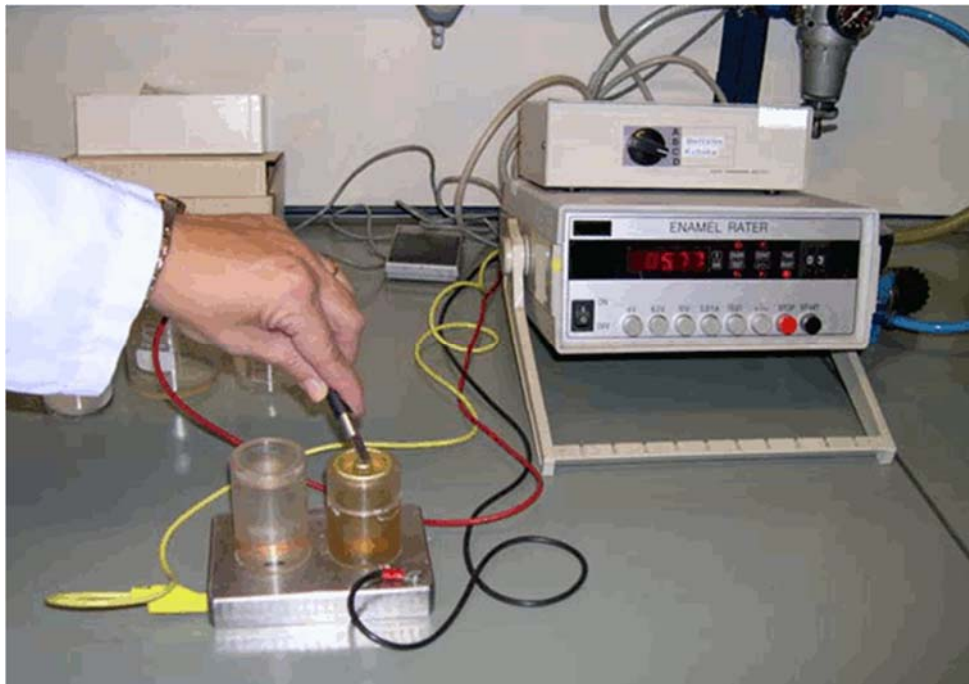


Figure 1: Un porosimètre avec la cathode

Le contact électrique est créé par la cathode connectée à la plaque en acier inoxydable, et en contact avec l'électrolyte, et une anode étant une tige métallique en contact avec l'échantillon d'essai. Un bon contact doit être assuré en grattant la couche extérieure de l'échantillon d'essai dans les cas où celui-ci est protégé par un revêtement.

Exemple d'un porosimètre semi-automatique pour réipients aérosols

Le contact électrique avec le corps du réipient aérosol est créé via les contacts du réipient anodique déposé sur la base du socle pour réipient.

La continuité électrique peut être automatiquement confirmée avant que le test commence.

Le contact avec l'électrolyte s'effectue via la sonde test de la cathode.

Le test ne démarre que lorsque la sonde de contrôle de niveau fait contact avec l'électrolyte.

La jauge peut automatiquement prévoir le délai de 4 secondes avant de noter l'intensité du courant en mA.

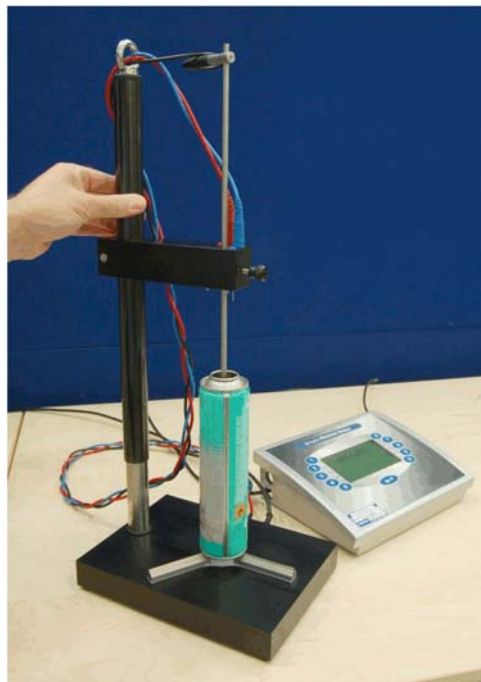


Figure 2: Un porosimètre semi-automatique