

I provini così preparati devono essere immersi nei recipienti di stoccaggio condizionati a 40 °C e riempiti con il liquido di prova in questione, poi esposti a 40 °C ± 1 °C in stufa. Per il liquido standard *c)* questa prova si deve fare in soluzione bagnante mescolata con il 2% di acetato di butile normale. Il periodo tra la copigliatura dei provini e l'inizio di immersione nel liquido di prova deve essere fissato e mantenuto costante per una stessa serie di misure.

I periodi di immersione per determinare la formazione di fessure sotto sforzo, in funzione dei tempi e del liquido di prova, devono essere scelti in modo tale che possa essere rappresentata con sufficiente certezza una differenza evidente tra le curve di resistenza residua alla trazione dei liquidi standard esaminati e le materie di riempimento a loro attribuite.

Dopo avere tolto i provini dal recipiente di stoccaggio, le copiglie devono essere immediatamente tolte e i provini ripuliti del liquido di prova.

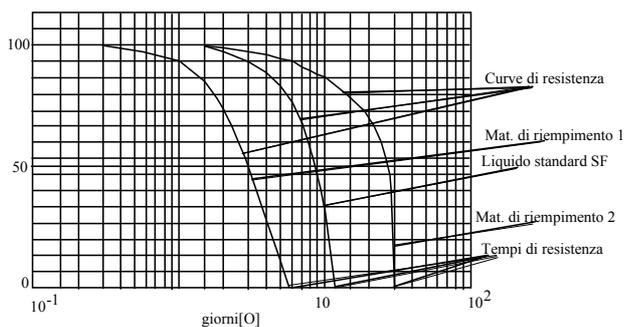
Dopo raffreddamento a temperatura ambiente, i provini devono essere segati parallelamente al lato intagliato attraverso il foro. Nel prosieguo della prova devono essere utilizzate solo le parti intagliate dei provini.

Le parti intagliate dei provini devono essere, in seguito, al più tardi otto ore dopo il prelevamento dal liquido in esame, introdotte in una macchina per prove di trazione e sottoposte ad uno sforzo di trazione uniaassiale ad una velocità di prova (velocità della ganascia mobile) di 20 mm/min fino a rottura. Deve essere determinata la forza massima. La prova di trazione deve essere fatta a temperatura ambiente (23 °C ± 2 °C), secondo la norma ISO R 527.

3.2.2. Valutazione: la valutazione per determinare l'influenza del liquido di prova comprende la determinazione dello sforzo massimo delle parti dei provini prestoccati e non copigliati come valore 0 e dello sforzo massimo dei provini dopo il periodo di stoccaggio  $t_y$ , per  $y \geq 5$ . Dopo conversione di tali sforzi massimi di  $t_y$  in %, in rapporto al valore 0, tali valori devono essere riportati in un diagramma, conformemente alla figura 3.

La comparazione tra le curve di resistenza residua alla trazione provenienti da misure con liquidi standard «soluzione bagnante» o «acido acetico» o «acetato di butile normale/soluzione bagnante saturata di acetato di butile normale» o «acqua» mostrerà, allora, se la materia di riempimento esaminata esercita una influenza più forte, più debole o nessuna influenza sullo stesso materiale del recipiente (vedere figura 3).

Figura 3  
Prova di fessurazione sotto sforzo (metodo di conficcamento della copiglia)



3.3. Procedura per determinare la curva di resistenza residua alla trazione.

3.3.1. Esecuzione: quindici provini devono essere infilati separatamente su quindici copiglie conformi alla figura 2b, senza formazione di sfaccettature e fino all'arresto, poi introdotti in un tubo di vetro riempito con il liquido di prova in questione e portato a 40 °C.

La temperatura di prova deve essere mantenuta costante a -1 °C. Per osservazione visuale, si determina la rottura del provino su ogni copiglia. Per esperienza si sa che la fenditura si propaga dal fondo dell'intaglio verso la superficie della copiglia.

3.3.2. Valutazione: i tempi di resistenza  $t_{SF}$  fino alla rottura di otto provini con il liquido standard è determinante per la valutazione. Non è necessario attendere la fine delle altre fessurazioni.

La valutazione avviene comparativamente con il numero di provini fessurati con la materia di riempimento.

Non si devono rompere più di otto provini durante il tempo  $t_{SF}$ .

3.4. Note esplicative: in questo metodo di prova, i parametri di prova «temperatura di stoccaggio» e «distanza tra il fondo dell'intaglio e il bordo del foro» sono stati scelti in modo da ottenere, durante prove corrispondenti con i liquidi standard «soluzione bagnante», «acido acetico» e «acetato di butile normale / soluzione bagnante saturata di acetato di butile normale», risultati indicativi ai sensi di tale prescrizione di prova, durante un periodo di prova totale di ventotto giorni.

Poiché le conclusioni di tale prescrizione di prova sono sempre valori relativi, è possibile variare, entro certi limiti, i parametri di prova sopra menzionati, in vista di ridurre la durata di prova. Questa deve essere indicata in modo specifico nel rapporto di prova.

4. Criteri da utilizzare per determinare se la prova è stata superata in modo soddisfacente.

4.1. Il risultato della prova secondo il metodo di laboratorio A non deve essere superiore all'1% di aumento di peso per rigonfiamento se sono stati presi in considerazione per la comparazione il liquido standard «soluzione bagnante» e «acido acetico».

Il risultato della prova secondo il metodo di laboratorio A con la materia di riempimento esaminata non deve superare l'aumento di peso per rigonfiamento con l'acetato di butile normale (circa 4%) se il liquido standard *c)* preso in considerazione per la comparazione è l'acetato di butile normale / soluzione bagnante saturata con acetato di butile normale.

4.2. Il risultato della prova secondo il metodo di laboratorio B, per la materia da approvare, deve dare un tempo di resistenza uguale o superiore a quello ottenuto con tutti i liquidi standard presi in considerazione per comparazione.

Metodo di laboratorio C: per determinare un possibile deterioramento per ossidazione o degradazione molecolare del materiale del recipiente di polietilene, secondo i punti 1 delle parti I e II, causato dalla materia di riempimento, si deve stabilire l'indice di fusione su provini di uno spessore equivalente a quello del tipo di costruzione, prima e dopo stoccaggio di tali provini nella materia di riempimento da esaminare.

Per stoccaggio di provini di uguale geometria nel liquido standard «acido nitrico 55%» secondo la lettera *c)* indicato nella parte 3, e determinando gli indici di fusione, si può stabilire se il grado di deterioramento della materia di riempimento da approvare sul materiale del recipiente è uguale, inferiore o superiore.

Lo stoccaggio dei provini a 40 °C deve proseguire fino a che non sia possibile pervenire ad un apprezzamento definitivo, ma al massimo per quarantadue giorni.

Se la materia di riempimento prevista per l'approvazione provoca, nel medesimo tempo, secondo il metodo di laboratorio A, un rigonfiamento per aumento di peso  $\geq 1\%$ , si deve, per non falsare il risultato della prova, procedere, prima della misura dell'indice di fusione, ad un «riasciugamento» del provino controllando nel medesimo tempo la sua massa, per esempio mediante esposizione in stufa a vuoto a 50 °C fino ad un peso costante, di regola fino ad una durata non superiore a sette giorni.

Criterio per determinare se la prova è stata superata in modo soddisfacente: l'aumento dell'indice di fusione del materiale del recipiente, provocato dalla materia di riempimento da approvare secondo questo metodo di determinazione, non deve essere superiore alla modifica provocata dal liquido standard «acido nitrico 55%», includendo un limite di tolleranza del 15% relativo a questo metodo di prova.

13A02158

