



### Corresponding Standards

**FEA 603 F** Récipients aérosols remplis – Test de conservation de longue durée  
et mesure de la perte de poids

**FEA 603 D** Gefüllte Aerosolverpackungen – Untersuchung  
des Langzeitlagerverhaltens und Messung des Gewichtsverlustes

### Introduction

The integrity of the seal and the quality of contents during storage of filled aerosol products must be assured by rigorous controls during formulation and manufacture.

This can be done by undertaking storage tests to check the effect of time on both formulation and packaging specification.

In addition storage tests can be undertaken to monitor the performance of a product in manufacture.

In all cases the problem to be faced is the size of the test, the larger the size, in terms of sample number, conditions of storage and time of storage so the greater will be the accuracy of the results. However, compromise is necessary to meet the limited resources of time and space available. The scale of this test as laid out in the table under section “working operations” is designed to meet most situations but should be regarded as the minimum size. Where the formulation or pack specification is known to be suspect or where the nature of the deterioration is known to be erratic, then it would be prudent to enlarge the size of the test.

### Objective

The objective of this method is to determine, on the one hand the loss of weight in storage at different temperatures and during a given time, on the other hand to determine under the same conditions, the stability of the contained product vis-à-vis the components of the aerosol container, valve and its components.

### Scope

This method is recommended for the long-term testing of the closure and the storage of all aerosol products in metal, glass and plastic containers.

## Apparatus

- 1) Laboratory balance with a precision of 0.01 g or 0.05 g according to the need.
- 2) Gauge for the determination of the pressure as described in the experimental standard FEA 604 – Filled aerosol packs – Measurement of the internal pressure.
- 3) Storage space at ambient temperature, at 37°C and at 50°C equipped with controls for the regulation of temperature to within  $\pm 3^\circ\text{C}$ .

## Working operation

Test samples must be identical with the containers and valves envisaged for the proposed production.

If several types of containers or valves are to be compared, they must be subjected to the same test, with the same conditions of preparation, and the same temperature and duration of storage.

All the samples destined to be tested must be prepared in a way as close as possible to the future industrial conditions.

Before the storage and at least, 24 hours after the filling, the following operations must be performed:

- 1) All the samples will be carefully numbered.
- 2) The noted pressure at ambient temperature will be determined on all the samples according to the standard FEA 604.
- 3) All the samples will be weighed.

The storage temperature, the minimum storage time and the minimum quantity of samples for every variant of packs must be entered in the table below.

For each batch of samples, one adds to the test, for every storage temperature, two samples for comparison filled in coated aerosol glass bottles and two samples of the product alone filled in sealed bottles.

Number of samples	Storage temperature	Position of storage	Time of storage	Glass aerosols for comparison	Pure product for comparison
12 mini	Ambient t°	Half ↑ Half ↓	1 year minimum	2	2
12 mini	Ambient t°	Half ↑ Half ↓	6 months minimum	2	2
12 mini	37°C	Half ↑ Half ↓	4 months minimum	2	2
12 mini	50°C	Half ↑ Half ↓	2 months minimum	2	2

### Test and results

Only the comparison of observation made from all the test at different temperatures defined above and at the end of the fixed minimum times will give maximum efficiency for this test method.

After the fixed duration of storage, it is necessary to proceed in the following way:

- 1) Take the samples out of the storage rooms and store them for 24 hours at ambient temperature.
- 2) Weigh the samples in order to determine the loss of weight during the time of storage.
- 3) Determine the pressures in the samples according to the standard FEA 604 at the temperature noted on the occasion of the first measurement.
- 4) Actuate the valves in order to verify their good functioning. In case of poor functioning, an examination will be made after observing the final result.
- 5) Transfer two samples into coated glass aerosol containers for visual examination (colour, precipitation, etc.) and compare with the glass aerosol controls.
- 6) Pierce and empty samples to recover the product. Compare the condition of the residual product with control samples of the base.
- 7) Examine the inner walls of the containers and of the mounting cups of the opened samples.
- 8) Examine any valves which did not function correctly (see operation 4) in order to determine the cause.

## Test report

The test report must indicate:

- 1) The origin, the description and the controlled characteristics of the samples.
- 2) The number of samples submitted to the test.
- 3) The test conditions.
- 4) The loss of weight ascertained on every samples.
- 5) The original pressure and the final pressure of samples.
- 6) The changes found in the internal protection of the containers or of the valves, the mechanical resistance, the functioning of the valves.
- 7) The changes found in the product, alone or in presence of the propellant.
- 8) The time elapsed from the filling until the start of the test (\*).
- 9) The working details not provided for in this standard as well as the eventual incidents suspected of having influenced the results.

(\*) The time elapsed from the filling until the start has an influence on the loss of weight of the aerosol because of the period of stabilisation proper to every type of pack.

### Standards correspondants

**FEA 603 E** Filled aerosol packs – Test of longterm preservation  
and measurement of the loss of weight

**FEA 603 D** Gefüllte Aerosolverpackungen – Untersuchung  
des Langzeitlagerverhaltens und Messung des Gewichtsverlustes

### Introduction

L'étanchéité du montage de la valve sur le réipient aérosol et la qualité du contenu au cours du stockage des produits aérosols conditionnés, doivent être assurés par des contrôles rigoureux au cours de la formulation et de la fabrication.

Dans ce but, on peut entreprendre des tests de stockage pour contrôler l'effet du temps sur la formulation ainsi que sur les spécifications de l'emballage.

Des tests de stockage peuvent être aussi entrepris pour contrôler les performances d'un aérosol produit industriellement.

Dans tous les cas, le problème auquel on doit faire face est celui de la taille de l'échantillonnage. Plus elle sera grande en nombre de pièces, en conditions et en temps de stockage, et plus grande sera la précision des résultats. Cependant, un compromis est nécessaire pour s'accorder avec les ressources limitées de temps et d'espace disponibles. L'échelle de cet essai, telle qu'elle est présentée dans le tableau du paragraphe "Mode Opérateur", est conçue pour s'adapter à la plupart des situations, mais doit être considérée comme la taille minimale. Lorsqu'on aura un doute sur la formulation ou sur la spécification de l'emballage, ou lorsque l'on connaîtra le caractère irrégulier de la détérioration, il sera alors prudent d'augmenter la taille de l'essai.

### But

Cette méthode a pour objectif de déterminer, d'une part la perte de poids au stockage à différentes températures et pendant une durée déterminée, d'autre part, de déterminer dans les mêmes conditions la stabilité du produit contenue vis-à-vis des composants de l'aérosol réipient, valve et ses constituants.

### Domaine d'application

Cette méthode est recommandée pour la vérification à long terme de l'étanchéité et de la conservation de tous produits aérosols, en réipients métalliques, en verre ou en plastique.

## Appareillage

- 1) Balance de laboratoire permettant des pesées avec une précision de 0,01 g ou 0,05 g suivant le cas.
- 2) Matériel pour la détermination de la pression tel que décrit dans le standard FEA 604 – Réipients aérosols remplis – Mesure de la pression interne.
- 3) Enceintes d'entreposage à température ambiante, à 37°C et à 50°C équipées de dispositifs de régulation de température assurant une fourchette de  $\pm 3^\circ\text{C}$ .

## Mode opératoire

Les réipients et valves objets de l'essai, seront contrôlés et identiques aux réipients et valves envisagés pour la production prévue.

Si plusieurs réipients ou valves doivent être comparés, ils devront subir le même essai, dans les mêmes conditions de préparation, de température et de la durée de stockage.

Tous les échantillons destinés à être testés, devront être conditionnés de façon aussi proche que possible de la future réalisation industrielle.

Avant la mise en stockage, et au minimum 24 heures après le conditionnement, procéder aux opérations suivantes:

- 1) Tous les échantillons seront soigneusement numérotés.
- 2) La pression à la température ambiante notée sera déterminée sur tous les échantillons suivant le standard FEA 604.
- 3) Tous les échantillons seront pesés.

La température de stockage, le temps minimum de stockage et la quantité minimale d'échantillons pour chaque variante de conditionnement, sont indiquées dans le tableau ci-dessous.

Pour chaque quantité d'échantillons, le stockage s'effectuera moitié tête en haut, moitié tête en bas.

Toute les fois que ce sera possible, on ajoutera à l'essai, pour chaque température de stockage, deux échantillons témoins conditionnés en flacons aérosols verre plastifié, et deux échantillons témoins du produit actif seul de flacons bouchés hermétiquement.

Nombre d'échantillons	Température de stockage	Position de stockage	Temps de stockage	Témoins aérosols verre	Témoins produit actif pur
12 minimum	t° ambiante	Moitié ↑ Moitié ↓	1 an minimum	2	2
12 minimum	t° ambiante	Moitié ↑ Moitié ↓	6 mois minimum	2	2
12 minimum	37°C	Moitié ↑ Moitié ↓	4 mois minimum	2	2
12 minimum	50°C	Moitié ↑ Moitié ↓	2 mois minimum	2	2

### Examen et résultats

Seule la comparaison des observations résultant de la conjugaison des essais aux différentes températures définies ci-dessus au bout des temps minima impartis, donnera à la méthode toute son efficacité.

Après la durée de stockage déterminée, procéder de la façon suivante:

- 1) Sortir les échantillons des enceintes, et les mettre pendant 24 heures à la température ambiante.
- 2) Peser les échantillons de façon à déterminer la perte de poids pendant le temps de stockage.
- 3) Déterminer les pressions dans les échantillons suivant le standard FEA 604, à la température notée lors de la première mesure.
- 4) Actionner les valves pour vérifier leur bon fonctionnement. En cas de mauvais fonctionnement, un examen sera fait après le dernier résultat observé.
- 5) Dans le cas où l'on aura soumis au même test, des échantillons en aérosols verre plastifié, on transvidera deux échantillons dans des flacons aérosols verre plastifié pour comparaison (Couleur, précipitation...).
- 6) Percer et vider les échantillons. Récupérer le produit. Dans le cas où l'on aura soumis au même test des échantillons de produit actif pur, on fera évaporer le propulseur du produit et l'on comparera les produits actifs.
- 7) Examiner sur les échantillons ouverts, les parois internes des réipients et des coupelles de valves.
- 8) Examiner les valves n'ayant pas fonctionné correctement (voir opération 4) pour en déterminer les causes.

## Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer:

- 1) L'origine, la définition et les caractéristiques contrôlées des échantillons.
- 2) Le nombre d'échantillons soumis à l'essai.
- 3) Les conditions de l'essai.
- 4) La perte de poids relevée sur chaque échantillon.
- 5) La pression d'origine et la pression des échantillons.
- 6) Les anomalies concernant la protection interne des récipients ou valves, la résistance mécanique, le fonctionnement des valves.
- 7) Les anomalies concernant le produit actif, seul ou en présence du gaz propulseur.
- 8) Le temps séparant le conditionnement du début de l'essai (\*).
- 9) Les détails opératoires non prévus dans le standard ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

(\* ) Le temps séparant le conditionnement du début de l'essai a une influence sur la perte de poids de l'aérosol, en raison de la période de stabilisation propre à chaque type de conditionnement.



### Korrespondierende Standards

**FEA 603 E** Filled aerosol packs – Test of longterm preservation  
and measurement of the loss of weight

**FEA 603 F** Récipients aérosols remplis – Test de conservation de longue durée  
et mesure de la perte de poids

### Einleitung

Die Aufrechterhaltung der unversehrten Dichtung und der Qualität des Inhalts eines abgefüllten Aerosolproduktes während seiner Lagerzeit müssen durch strenge Kontrollen während der Entwicklung und bei der Herstellung sichergestellt werden.

Dies kann durch Lagerversuche, in denen der Einfluß von Zeit und Temperatur auf den Inhalt und die Verpackungsmaterialien geprüft wird, erfolgen. Lagerversuche können auch der Qualitätsüberwachung bei der Fabrikation dienen.

In allen Fällen besteht dabei das Problem des richtigen Umfangs der Versuche; je grösser die Anzahl der gelagerten Packungen und der verschiedenen Lagerbedingungen ist, umso grösser wird die Zuverlässigkeit der Ergebnisse. Da aber die zur Verfügung stehende Zeit und Lagermöglichkeiten beschränkt sind, muß ein Kompromiß gefunden werden. Der Umfang solcher Versuche, wie er unter "Arbeitsweise" angegeben ist, sollte in den meisten Fällen ausreichend sein, man sollte dies aber als Minimumumfang ansehen. In Fällen, in denen der Verdacht besteht, daß entweder die Rezeptur oder die Verpackungsspezifikationen zu Mißtrauen Anlaß geben, oder wenn keinerlei Anhaltspunkte für das zu erwartende Verhalten vorliegen, erscheint es ratsam, den Umfang des Tests zu erhöhen.

### Zielsetzung

Ziel dieser Methode ist es erstens, die Bestimmung des Gewichtsverlustes während der Lagerung bei verschiedenen Temperaturen während eines definierten Zeitraumes und zweitens, die unter den gleichen Bedingungen durchgeführte Bestimmung der Stabilität des abgefüllten Produkts gegenüber dem Aerosolbehälter, dem Ventil und seinen Elementen.

### Anwendungsbereich

Diese Methode wird für die Langzeitprüfung des Ventils und des Lagerverhaltens aller Aerosolprodukte in Metall-, Glas- und Kunststoffbehältern empfohlen.

### Geräte

- 1) Laborwaage mit einer Genauigkeit von 0,01 g oder 0,05 g, je nach Bedarf.
- 2) Druckmeßgerät wie in dem Standard FEA 604 – Gefüllte Aerosolverpackungen – Bestimmung des Innendrucks.
- 3) Lagerraum mit Zimmertemperatur, 37°C und 50°C, mit Temperaturregelung auf  $\pm 3^\circ\text{C}$  genau.

### Arbeitsweise

Die Prüfmuster müssen den für die Produktion gewählten Behältern und Ventilen entsprechen.

Sollten verschiedene Behälter- oder Ventilarten miteinander verglichen werden, müssen sie unter denselben Bedingungen hergestellt und derselben Temperatur und Lagerzeit ausgesetzt werden.

Die zu testenden Muster müssen unter solchen Bedingungen hergestellt werden die den zukünftigen industriellen Bedingungen möglichst ähnlich sind.

Vor der Lagerung und mindestens 24 Std. nach dem Füllen muß folgendes durchgeführt werden:

- 1) Alle Muster müssen sorgfältig numeriert werden.
- 2) Der Druck bei Zimmertemperatur wird bei allen Mustern wie in dem Standard FEA 604 vorgeschrieben, bestimmt.
- 3) Alle Muster werden gewogen.

Lagertemperatur, Mindestlagerzeit und Mindestmenge der Muster müssen für jede Behältervariante in untenstehende Tabelle eingetragen werden.

Für jedes Ansatzmuster wird die halbe Menge der Dosen senkrecht stehend gelagert, die andere Hälfte auf dem Kopf stehend.

Wenn möglich, sollten pro Lagertemperatur zum Vergleich zwei in beschichtete Glasaerosolflaschen gefüllte Muster und zwei Produktmuster, die nur in dichtschießende Glasflaschen abgefüllt sind, hinzugefügt werden.

Anzahl der Muster	Lager-temperatur	Lagerungs- position	Lagerzeit	Vergleich: Glasaerosol- behälter	Vergleich: reines Produkt in fest- schließender Flasche
mind.12	Zimmer- temperatur	Halb ↑ Halb ↓	mindest. 1 Jahr	2	2
mind.12	Zimmer- temperatur	Halb ↑ Halb ↓	mindest. 6 Monate	2	2
mind.12	37°C	Halb ↑ Halb ↓	mindest. 4 Monate	2	2
mind.12	50°C	Halb ↑ Halb ↓	mindest. 2 Monate	2	2

### Prüfung und Ergebnisse

Nur durch Vergleich der bei allen Prüfungen bei verschiedener Temperatur (s.o.) und am Ende der festgesetzten Mindestzeit erhaltenen Ergebnisse wird die volle Effizienz dieser Methode erreicht.

Nach Ablauf der festgelegten Lagerzeit verfährt man wie folgt:

- 1) Muster aus dem Lagerraum nehmen und 24 Stunden bei Zimmertemperatur aufbewahren.
- 2) Die Muster wiegen, um den während der Lagerzeit eingetretenen Gewichtsverlust zu bestimmen.
- 3) Den Druck in den Musterdosen bestimmen, wie in dem Standard FEA 604 beschrieben, bei der gleichen Temperatur wie bei der ersten Messung.
- 4) Die Ventile zur Prüfung auf gutes Funktionieren betätigen. Zeigt sich, daß sie nicht gut funktionieren, werden sie nach Vorliegen des endgültigen Ergebnisses untersucht.
- 5) Zwei Muster in durchsichtige Glasaerosolbehälter umfüllen zur visuellen Prüfung (Farbe, Niederschlag usw.) und mit den Kontrollglasaerosolflaschen vergleichen.
- 6) Musterbehälter öffnen und entleeren. Den Zustand des Produktes mit den Kontrollmustern vergleichen.
- 7) Innenwände des Behälters und der Ventilteller der geöffneten Dosen untersuchen.
- 8) Alle Ventile, die nicht einwandfrei funktionieren, zur Feststellung der Ursache untersuchen (siehe Punkt 4).

## Testbericht

Im Testbericht muß angegeben sein:

- 1) Herkunft, Beschreibung und überprüfte Charakteristiken der Muster.
- 2) Anzahl der getesteten Muster.
- 3) Testbedingungen.
- 4) Gewichtsverlust der einzelnen Muster.
- 5) Anfangs- und endgültiger Druck der Muster,
- 6) Veränderungen am Innenschutz der Behälter oder der Ventile, mechanische Resistenz, Funktionieren der Ventile.
- 7) Veränderungen des reinen Produkts oder bei Anwesenheit von Treibgas.
- 8) Zeitraum zwischen Füllung und Testbeginn (\*).
- 9) Einzelheiten der Arbeitsweise, die nicht in dieser Norm vorgegeben sind, sowie alle eventuellen Zwischenfälle, die das Testergebnis beeinflusst haben könnten.

(\*) Der zwischen dem Füllen und dem Beginn des Tests liegende Zeitraum beeinflusst den Gewichtsverlust der Aerosole auf Grund der spezifischen Bauart jedes Behältertyps.