ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 17190-2— 2015

Средства мочепоглощения при недержании

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК АБСОРБЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ПОЛИМЕРНОЙ ОСНОВЕ

Часть 2

Определение количества остаточных мономеров

(ISO 17190-2:2001, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью «Медтехстандарт» (ООО «Медтехстандарт») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 011 «Медицинские приборы, аппараты и оборудование»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 октября 2015 г. № 1429-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 17190-2:2001 «Средства мочепоглощения при недержании. Методы испытания для определения характеристик абсорбционных материалов на полимерной основе. Часть 2. Определение количества остаточных мономеров» (ISO 17190-2:2001 «Urine-absorbing aids for incontinence — Test methods for characterizing polymer-based absorbent materials — Part 2: Determination of amount of residual monomers», IDT).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2016

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Метод определения 1
5 Реактивы 2
6 Средства измерений, вспомогательные устройства 2
7 Отбор образца 3
8 Метод проведения испытаний 3
9 Обработка результатов 4
10 Точность 4
11 Протокол испытаний 5
Приложение А (справочное) Альтернативные методы и условия для хроматографии 6
Приложение В (справочное) Статистические результаты межлабораторных испытаний. 7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации 8
Библиография 8

Введение

Комплекс стандартов ИСО 17190 состоит из различных методов испытаний, первоначально разработанных Европейской ассоциацией нетканых материалов и отходов текстильной промышленности (EDANA). Эти методы испытаний без каких-либо изменений были включены в комплекс международных стандартов, состоящий из 11 частей.

Эти методы испытаний использовались на практике несколько лет и зарекомендовали себя как надежные в отношении общих критериев качества методов испытаний (достоверность, воспроизводимость и др.). Они применимы к полиакрилату суперабсорбирующих материалов, которые относятся к продуктам гигиены, в том числе к средствам мочепоглощения при недержании. Методы испытаний касаются исключительно материала. Они не предназначены и не применимы для испытаний выпускаемых средств мочепоглощения при недержании.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Средства мочепоглощения при недержании

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК АБСОРБЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ПОЛИМЕРНОЙ ОСНОВЕ

Часть 2

Определение количества остаточных мономеров

Urine-absorbing aids for incontinence. Test methods for characterizing polymer-based absorbent materials. Part 2. Determination of amount of residual monomers

Дата введения — 2016—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод для определения суммы остаточного мономера акрилата натрия и акриловой кислоты, присутствующих в полиакрилате (ПА) суперабсорбирующих порошков как акриловая кислота.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы. Для недатированных ссылок применяют последние издания указанных документов, включая все изменения.

ИСО 187 Бумага, картон и целлюлоза. Стандартная атмосфера для кондиционирования и испытания и метод контроля за атмосферой и условиями кондиционирования (ISO 187, Paper, board and pulps — Standard atmosphere for conditioning and testing and procedure for monitoring the atmosphere and conditioning of samples)

ИСО 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний (ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods)

ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений [ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method]

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен термин с соответствующим определением:

3.1 **количества остаточных мономеров** (amount of residual monomers): Сумма остаточного мономера акрилата натрия и акриловой кислоты.

4 Метод определения

Остаточная акриловая кислота извлекается из ПА суперабсорбирующих порошков, и количество остаточной акриловой кислоты определяется методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

Издание официальное

5 Реактивы

5.1 Общие

Используйте реактивы указанного состава, если не указано иное.

5.1.1 Вода, соответствующая требованиям ИСО 3696.

5.1.2 Раствор хлорида натрия (NaCl) = 0,9 % по массе.

Взвесьте 9 г хлорида натрия с точностью до 0,1 г, поместите его в мерную колбу вместимостью 1 л (см. 6.5) и долейте до метки деионизированной водой (отметка 3, см. 5.1). Размешайте до полного растворения.

5.1.3 Фосфорная кислота $c(H_3PO_4)$ = 85 % по массе, класса ВЭЖХ или лучше.

5.1.4 Раствор фосфорной кислоты $c(H_3PO_4)$ = 0,1 % по массе (1 г/л или 0,0087 моль/л). Разбавьте концентрированную H_3PO_4 (5.1.3) дистиллированной водой (отметка 3, см. 5.1.1). Размешайте до смешения.

5.1.5 Ацетонитрил класса ВЭЖХ или лучше.

5.1.6 Акриловая кислота чистотой более 99,5 %.

Хорошо известно, что акриловая кислота разлагается с течением времени. Поэтому важно измерить чистоты акриловой кислоты, используемые для калибровки ВЭЖХ.

5.2 Стандартные растворы для калибровки

5.2.1 Раствор S1 [ρ_{cal}(S1) = 100 мг/л]

Взвесьте 0,1000 г акриловой кислоты с точностью до 0,0005 г и поместите ее в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (см. 6.5), промаркировав S1. Приготовьте на должном уровне используемую сверхчистую воду (см. 5.1.1). Используя данный раствор, приготовьте разведения, приведенные в 5.2.2—5.2.6.

5.2.2 Раствор S2 [ρ_{cal}(S2) = 100 мг/л]

С помощью пипетки поместите 10 см^3 раствора S1 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (см. 6.5), промаркировав S2, и долейте до метки сверхчистой воды (см. 5.1.1).

5.2.3 Раствор S3 [ρ_{cal}(S3) = 1 мг/л]

С помощью пипетки поместите 1 см^3 раствора S1 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (см. 6.5), промаркировав S3, и долейте до метки сверхчистой воды (см. 5.1.1).

5.2.4 Раствор S4 [ρ_{cal}(S4) = 2 мг/л]

С помощью пипетки поместите 2 см^3 раствора S1 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (см. 6.5), промаркировав S4, и долейте до метки сверхчистой воды (см. 5.1.1).

5.2.5 Раствор S5 [ρ_{cal}(S5) = 3 мг/л]

С помощью пипетки поместите 3 см^3 раствора S1 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (см. 6.5), промаркировав S5, и долейте до метки сверхчистой воды (см. 5.1.1).

5.2.6 Раствор S6 [ρ_{cal}(S6) = 4 мг/л]

С помощью пипетки поместите 4 см^3 раствора S1 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (см. 6.5), промаркировав S6, и долейте до метки сверхчистой воды (см. 5.1.1).

6 Средства измерений, вспомогательные устройства

6.1 Весы лабораторные с ценой деления (дискретностью отсчета) 0,0001 г и пределом взвешивания до 0,1 г.

6.2 Весы лабораторные с ценой деления (дискретностью отсчета) 0,001 г и пределом взвешивания до 1,0 г.

6.3 Стеклянные стаканы или конические колбы, вместимостью 250 см^3.

6.4 Градуированный цилиндр, вместимостью 200 см^3 и с точностью ±0,5 %.

6.5 Мерная колба класса А, вместимостью 100 см^3 или 1 л.

6.6 Мерные пипетки класса А, вместимостью 1, 2, 3, 4 мл и 10 см^3.

6.7 Магнитная мешалка с перемешивающими элементами, способная перемешивать со скоростью (500 ± 50) об/мин.

6.8 Фильтр (0,45 мкм).

6.9 Инжекторная ВЭЖХ-система для впрыскиваний раствора анализируемого вещества от 20 до 100 мкл и с точностью в пределах ±1 %.

6.10 ВЭЖХ-насос, нагнетающий потоки с теоретическим обратным давлением в пределах ±10 %.

6.11 Аналитическая колонка С18 с размером частиц 5 мкм, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, оснащенная пограничной колонкой (см. 6.12).

6.12 Пограничная колонка С18 с размером частиц 5 мкм, длиной 50 мм, внутренним диаметром 4,6 мм.

6.13 Ультрафиолетовый детектор для ВЭЖХ, способный производить измерения при длине волны 210 нм.

7 Отбор образца

Меры предосторожности: используйте средства защиты органов дыхания, респиратор или вытяжку при работе с образцом, составляющим более 10 г.

7.1 Опытный образец

Для того чтобы гарантировать, что репрезентативный образец берется из сыпучего материала, содержащегося в большом мешке или хранилище, снимают верхний слой (приблизительно 20 см). Берут образец совком. Помещают образец в герметичный контейнер соответствующего размера в течение 3 мин после отбора.

Перед началом испытаний и отбором проб выдерживают испытуемые образцы в закрытом контейнере для выравнивания и достижения температуры лаборатории. Рекомендуемые условия проведения испытаний: температура (23 ± 2) °С, относительная влажность (50 ± 10) %. Если эти условия отсутствуют, испытания проводят в условиях окружающей среды с указанием температуры и относительной влажности. Измерения данных условий проведения испытаний проводят в соответствии с ИСО 187.

Прежде чем отобрать пробу из контейнера для проведения испытаний, встряхните контейнер три — пять раз таким образом, чтобы получить однородный материал. Оставьте контейнер в покое на 5 мин до открывания крышки и отбора пробы для испытаний.

Прежде чем продолжить испытания, убедитесь, что в подготовленной для испытаний пробе отсутствуют комки размером более 1 мм в диаметре.

7.2 Подготовка пробы

7.2.1 Взвесьте 1,000 г анализируемой пробы образца ПА суперабсорбирующих порошков с точностью до 0,005 г в чистой чаше для взвешивания и запишите массу m_{sam} анализируемой пробы.

7.2.2 Добавьте анализируемую пробу в чистый стакан (см. 6.3) или коническую колбу (см. 6.3) и убедитесь, что все образцы были переданы.

7.2.3 Отмерьте 200 см^3 0,9 %-ного физиологического раствора (см. 5.1.2), используя градуированный цилиндр (см. 6.4), и добавьте его в стакан или колбу.

7.2.4 Добавьте магнитную мешалку с перемешивающими элементами, затем закройте стакан парафиновой пленкой или колбу пробкой.

7.2.5 Перемешивайте раствор при (500 ± 50) об/мин в течение 60 мин.

7.2.6 Остановите перемешивание после 60 мин.

7.2.7 Дайте отстояться полимеру в течение 5 мин.

7.2.8 Отфильтруйте растворимую фракцию через фильтр 0,45 мкм и приступайте к ВЭЖХ-анализу.

8 Метод проведения испытаний

8.1 Условия проведения ВЭЖХ

Используйте следующие условия проведения ВЭЖХ:

- впрыскиваемый раствор: от 20 до 100 мкл;
- подвижная фаза (по объему): [10 % ацетонитрил (см. 5.1.5)] : [90 %-ный раствор фосфорной кислоты (см. 5.1.4)];
- скорость потока: 1 см^3/мин;
- аналитическая колонка: колонка С18 (см. 6.11);
- пограничная колонка: С18 (см. 6.12);
- обнаружение: ультрафиолет при 210 нм (см. 6.13).

Вычисляйте пики с помощью интегратора, данных станции или компьютера. В этих условиях, как правило, акриловая кислота вымывается в течение 5—6 мин. Альтернативные методы и условия для хроматографии приведены в приложении А.

8.2 Калибровка

Подготовьте стандартные растворы от S3 (см. 5.2.3) до S6 (см. 5.2.6) в двух экземплярах. Вычисляйте пики, полученные для каждого уровня (A_i).

Если разница между каждым из двух вычисленных пиков определенного раствора и средним значением превышает 5 %, то расчеты повторяют. Если эта разница составляет менее 5 %, среднее значение используют для определения калибровочной кривой.

8.3 Определение

Анализ пробы, полученной в 7.2.8, повторяют. Вычисляют средний пик.

9 Обработка результатов

9.1 Калибровочная кривая

График акриловой кислоты массовой концентрации $\rho_{cal,i}$ в зависимости от среднего значения пика A_i положен в основу калибровочной кривой. Предполагают, что данная зависимость является линейной, определяется линейным уравнением регрессии массовой концентрации ρ от среднего значения пика, и вычисляют по формуле

$$\rho_{cal} = aA + b, \quad (1)$$

где ρ_{cal} — массовая концентрация анализируемого вещества, мг/л;

A — значение пика анализируемого вещества;

a — наклон линии;

b — отсекаемый отрезок на оси y (ρ_{cal}).

Определяют коэффициент корреляции для линии регрессии, полученной по формуле (1). Этот коэффициент корреляции должен быть больше 0,99.

9.2 Количества остаточных мономеров

Вычисляют массовую концентрацию экстрагированного раствора ρ_{sam}, взятого для анализируемой пробы (см. 8.3), используя формулу (1), полученную для калибровочной кривой в 9.1, где A_{sam} является значением пика, полученного для образца.

Количество остаточных мономеров в ПА суперабсорбирующих порошков определяется как массовая доля остаточной акриловой кислоты w_{acr}, мг/кг, и вычисляется по формуле

$$w_{acr} = \rho_{sam} \frac{200}{m_{sam}}, \quad (2)$$

где ρ_{sam} — массовая концентрация экстрагируемого раствора, мг/л;

m_{sam} — масса полимера, взятого для анализируемой пробы, г;

200 — объем экстрагируемого раствора, $см^3$.

Записывают результат с точностью до 1 мг/кг.

10 Точность

Показатели повторяемости и воспроизводимости результатов данного метода испытаний являются результатом совместных исследований, проведенных в 1997 году EDANA, и приведены в приложении В.

Расхождение между результатами параллельных испытаний, полученными в повторяющихся условиях испытаний в соответствии с ИСО 5725-2, не должно превышать предела повторяемости r более чем в 5 % случаев:

$$r = 55 \text{ мг/кг}.$$

Расхождение между результатами параллельных испытаний, полученными в повторяющихся условиях испытаний в соответствии с ИСО 5725-2, не должно превышать предела воспроизводимости R более чем в 5 % случаев:

$$R = 416 \text{ мг/кг}.$$

Если не выполняются критерии повторяемости и воспроизводимости испытания, то испытание необходимо повторить дважды на удвоенном количестве образцов, убедившись, что исходный образец тщательно перемешан. Если не выполняются критерии, необходимо записать результаты как недостоверные и затем выявить источник ошибки (например, проверяя правильность работы контрольно-измерительных устройств), испытав образец с известным значением.

Отклонения от заданного хроматографического метода являются допустимыми, если критерии повторяемости и воспроизводимости испытания для обоих отдельных пиков количественно равны или лучше, чем перечисленные выше. Некоторые примеры отклонений от хроматографических методов приведены в приложении А.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) наименование и адрес испытательной лаборатории;

b) тип абсорбционного материала на полимерной основе, включая все технические параметры (характеристики) и исходную (первичную) информацию, необходимую для однозначной (полной) идентификации образца;

c) ссылку на настоящий стандарт;

d) результаты расчета количества остаточных мономеров для каждого испытанного образца, выраженные как массовая доля остаточного мономера акрилата в ПА (мг/кг), и для повторяющихся испытаний среднее значение;

e) любые несоответствия (особенности), отмеченные в ходе испытаний, или если повторяемость и/или воспроизводимость критерия не были соблюдены (см. раздел 9);

f) любые отклонения от метода проведения испытаний или любые иные операции должны рассматриваться как дополнительные.

Приложение А
(справочное)

Альтернативные методы и условия для хроматографии

А.1 Хроматографический метод Нзера

Метод, описанный в настоящем стандарте, является модифицированной версией, опубликованной Ж.М. Нзером с соавторами [1].

Линейный диапазон акриловой кислоты в методе Нзера от 0,01 до 10 мг/л эквивалентен остаточным мономерам в ПА суперабсорбирующих порошков от 2 до 2000 мг/кг. Предел обнаружения данного метода составляет 0,01 мг/л акриловой кислоты.

А.2 Альтернативные условия хроматографии

А.2.1 Допустимые отклонения от хроматографического метода

Отклонения от заданного хроматографического метода являются допустимыми, если критерии повторяемости и воспроизводимости испытания для обоих отдельных пиков количественно равны или лучше, чем перечисленные в разделе 10. Например:

- может быть использован любой эквивалент обращенно-фазовой хроматографической колонки;
- если используется pH-стабильная обращенно-фазовая колонка, то может быть опущен подвижной фазы органический модификатор. См., например, рисунок А.1, где разделение было получено без органического модификатора.

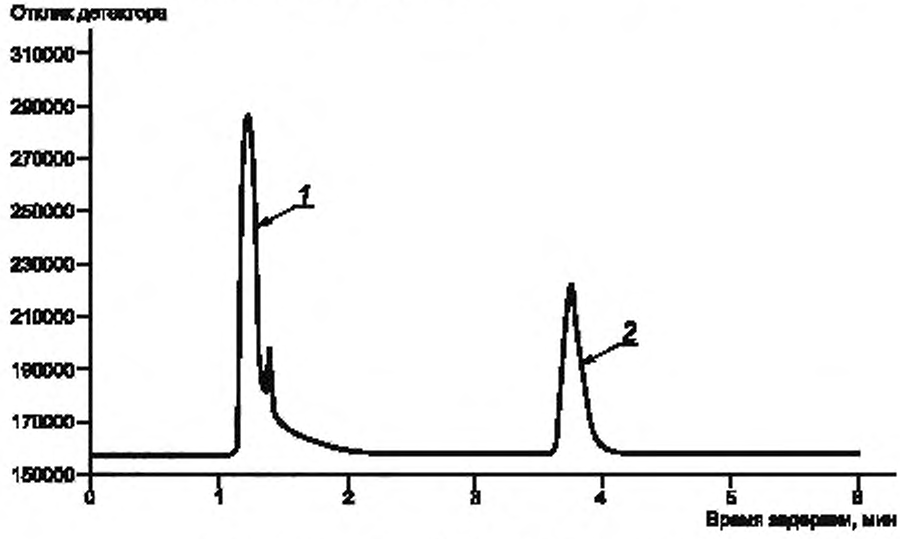
Обратите внимание, что фаза С18 подвергается «гидрофильному коллапсу» в отсутствие органического модификатора в подвижной фазе. Это может привести к сдвигам времени задержки. Производительность колонки должна быть проверена при следующих условиях:

- колонки ион-эксклюзивной хроматографии могут быть использованы вместо колонок обращенно-фазовой хроматографии с рекомендуемой в качестве подвижной фазы серной кислотой 0,005 моль/л;
- хроматографические колонки разных размеров могут быть использованы до тех пор, пока не будет достигнуто разделение аналитов. См. рисунок А.1, где требования к хроматографической колонке указаны в А.2.2;
- дополнительные фильтрации могут быть добавлены в конце 1 ч при смещении времени, например 1 см^3 H_3PO_4.

А.2.2 Альтернативная ВЭЖХ-система

Следующая система является альтернативной ВЭЖХ-системе, разделение которой показано на рисунке А.1:

- подвижная фаза (по объему): [10 % ацетонитрил (см. 5.1.5)] : [90 %-ный раствор фосфорной кислоты (см. 5.1.4)];
- скорость потока: 1 см^3/мин;
- аналитическая колонка: колонка С18 (см. 6.11);
- пограничная колонка: С18, размер частиц 5 мкм, длина 100 мм, внутренний диаметр 4,6 мм;
- обнаружение: ультрафиолет при 210 нм (см. 6.13).



1 — удерживаемый колонкой объем; *2* — акриловая кислота

Рисунок А.1 — Хроматограмма остаточного акрилата с использованием альтернативной ВЭЖХ-системы

Приложение В
(справочное)

Статистические результаты межлабораторных испытаний

Образцы для межлабораторных испытаний были главным образом отобраны для тестирования точности метода. Они не являются представительной на рынке продукцией (например, образец А был из партии, произведенной в прошлом).

Показатели повторяемости и воспроизводимости результатов данного метода являются результатом совместных исследований, проведенных в 1997 году EDANA. Оценка межлабораторных испытаний была проведена в соответствии с ИСО 5725-2, и были получены следующие результаты.

идентификация образца	A	B	C;
количество участвующих лабораторий	10	10	10;
количество лабораторий, чьи результаты были приняты (за исключением тех, чьи результаты были отброшены как недостоверные)	9	9	9;
количество принятых к рассмотрению результатов испытаний	36	36	36;
среднее значение, мг/кг	716	356	400;
повторяемость стандартного отклонения s_r	18,58	13,95	19,52;
повторяемость коэффициента вариации	2,60 %	3,92 %	4,88 %;
предел повторяемости r (2,8 s_r)	52,03	39,07	54,66;
воспроизводимость стандартного отклонения s_R	148,51	83,98	84,76;
воспроизводимость коэффициента вариации	20,77 %	23,58 %	21,19 %;
предел воспроизводимости R (2,8 s_R)	415,83	235,15	237,32.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 187:1990	IDT	ГОСТ Р ИСО 187—2012 «Целлюлоза, бумага, картон. Стандартная атмосфера для кондиционирования и испытания. Метод контроля за атмосферой и условиями кондиционирования»
ИСО 3696:1987	—	*
ИСО 5725-2:1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений»

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты.

Библиография

[1] Neyer J.M., Vigouroux A., Vamvakaris C. and Mandery H. High-Performance Liquid Chromatographic Determination of Monomeric Sodium Acrylate and Acrylic Acid in Polyacrylic Gelling Agents. Chromatographia, 25 (10) 1988

УДК 676.252:006.354 ОКС 11.180.20 ОКП 93 9800

Ключевые слова: абсорбционный материал, воспроизводимость, испытания, остаточный мономер, повторяемость, полиакрилат, средства мочепоглощения, хроматография

Редактор *А.В. Вильчицкий*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 22.01.2016. Подписано в печать 16.03.2016. Формат 60 × 84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 31 экз. Зак. 757.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru