ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 17190-10— 2015

Средства мочепоглощения при недержании

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК АБСОРБЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ПОЛИМЕРНОЙ ОСНОВЕ

Часть 10

Определение содержания экстрагируемого полимера методом потенциометрического титрования

(ISO 17190-10:2001, 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. № 1428-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 17190-10:2001 «Средства мочепоглощения при недержании. Методы испытания для определения характеристик абсорбционных материалов на полимерной основе. Часть 10. Определение содержания экстрагируемого полимера методом потенциометрического титрования» (ISO 17190-10:2001 «Urine-absorbing aids for incontinence — Test methods for characterizing polymer-based absorbent materials — Part 10: Determination of extractable polymer content by potentiometric titration», 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 официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.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 2
5 Реактивы 2
6 Средства измерений, вспомогательные устройства 2
7 Отбор образца 3
8 Метод проведения испытаний 3
9 Обработка результатов 3
10 Точность 4
11 Протокол испытаний 5
Приложение А (справочное) Статистические результаты межлабораторных испытаний 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации 7

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 средствам мочепоглощения при недержании. Методы испытаний касаются исключительно материала. Они не предназначены и не применимы для испытаний выпускаемых средств мочепоглощения при недержании.

Поправка к ГОСТ Р ИСО 17190-10—2015 Средства мочепоглощения при недержании. Методы испытания для определения характеристик абсорбционных материалов на полимерной основе. Часть 10. Определение содержания экстрагируемого полимера методом потенциометрического титрования

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 6.8	Парафиновая пленка	Парафинированная пленка

(ИУС № 4 2016 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Средства мочепоглощения при недержании

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК АБСОРБЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ПОЛИМЕРНОЙ ОСНОВЕ

Часть 10

Определение содержания экстрагируемого полимера методом потенциометрического титрования

Urine-absorbing aids for incontinence. Test methods for characterizing polymer-based absorbent materials. Part 10. Determination of extractable polymer content by potentiometric titration

Дата введения — 2016—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод для определения массовой доли карбоксильных групп с цепочкой различной длины присутствующих в полиакрилате (ПА) суперабсорбирующих порошков, и являющихся извлекаемыми в физиологическом растворе.

Метод был протестирован для экстрагируемого полимера с массовой долей в диапазоне от 5,29 % до 9,00 % (см. приложение А), но ожидается, что он применим и для более широкого диапазона.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие международные стандарты. Для недатированных ссылок применяют последнее издание указанных документов, включая все изменения.

ИСО 187 Бумага, картон и целлюлоза. Стандартная атмосфера для кондиционирования и испытания. 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 применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **экстрагируемый** (extractables): Сумма растворимых солей и кислот групп мономерных, олигомерных и полимерных карбоксилатов, извлеченных из суперабсорбирующего полимера.

3.2 **солевая группа** (salt group): Соли щелочных металлов группы карбоновых кислот, также называемые нейтрализованными карбоксилатами.

3.3 **кислотная группа** (acid group): Карбоксильная кислотная группа.

Издание официальное

4 Метод определения

Содержание экстрагируемых веществ в ПА суперабсорбирующих порошков определяется путем смешивания ПА суперабсорбирующих порошков с солевым раствором в течение времени, достаточного для перемешивания. Солевому раствору дают отстояться и фильтруют часть растворимой фракции. Растворимую фракцию титруют стандартным щелочным раствором (раствор NaOH) до pH 10,0 для определения концентрации свободных карбоксильных кислотных групп. Полученный раствор титруют далее стандартным кислотным раствором (раствор HCl) до pH 2,7 для определения концентрации нейтрализованных карбоксилатов. Данные титрования используются для расчета общей суммы экстрагируемых веществ, присутствующих в ПА суперабсорбирующих порошков.

5 Реактивы

Меры предосторожности — Работа с концентрированными кислотами и щелочами должны проводиться с соблюдением требований безопасности. Требования безопасности включают, в том числе надевание перчаток и масок для лица. Работа с концентрированной соляной кислоты должна проводиться под вытяжкой.

Используйте реактивы указанного состава, если не указано иное.

5.1 Вода, соответствующая требованиям ИСО 3696.

5.2 Раствор гидроксида натрия *c* (NaOH) = 0,1 моль/л.

Взвесьте 4 г гидроксида натрия с точностью до 0,1 г и поместите его в мерную колбу вместимостью 1 л (см. 6.3) и долейте до метки деионизированной водой (отметка 1, см. 5.1). Размешайте до полного растворения.

5.3 Раствор соляной кислоты *c* (HCl) = 0,1 моль/л.

Добавьте 8,9 $см^3$ концентрированной соляной кислоты с точностью до 0,1 $см^3$ в мерную колбу вместимостью 1 л (6.3) и долейте до метки деионизированной водой (отметка 1, см. 5.1). Размешайте до полного растворения.

5.4 Раствор хлорида натрия *c* (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. 6.3) и долейте до метки деионизированной водой (отметка 3, см. 5.1). Размешайте до полного растворения.

5.5 Стандартные буферные растворы, имеющие следующие pH:

a) (4,0 ± 0,02);

b) (7,0 ± 0,02);

c) (10,0 ± 0,02).

6 Средства измерений, вспомогательные устройства

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

6.2 pH-метр и индикаторный стеклянный pH-электрод (далее по тексту pH-электрод).

6.3 Мерная колба класса А, вместимостью 1 л.

6.4 Чаша для взвешивания, изготовленная из алюминия.

6.5 Сосуды для титрования, стеклянные стаканы или конические колбы.

6.6 Стеклянная коническая колба вместимостью 250 $см^3$, имеющая в соответствии с NS 29/32 стандартные стыки и пробки.

6.7 Стеклянный стакан вместимостью 250 $см^3$.

6.8 Парафиновая пленка.

6.9 Вакуумные фильтрующие бутылки.

6.10 Воронка Бюхнера для фильтров диаметром 70 мм.

6.11 Фильтровальная бумага диаметром 70 мм с порами размером не более 20 мкм.

6.12 Фильтро-насосная система, позволяющая достичь фильтрации образца в течение 5 мин (например, водоструйный насос).

6.13 Мерный цилиндр вместимостью 200 $см^3$ и с точностью измерений ±0,5 %.

6.14 Магнитная мешалка, способная перемешивать со скоростью (500 ± 50) об/мин.

6.15 Магнитная мешалка с перемешивающими элементами, имеющая цилиндрическую форму, 30 × 6 мм или аналогичная.

6.16 Стеклянная бюретка от 10 до 20 см^3 с ценой деления 0,01 см^3.

7 Отбор образца

Меры предосторожности — Используйте средства защиты органов дыхания, респиратор или вытяжку при работе с образцом массой более 10 г.

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.

8 Метод проведения испытаний

8.1 Подготовьте каждую анализируемую пробу в двух экземплярах.

8.2 Используя мерный цилиндр (см. 6.13) аккуратно добавьте 200 см^3 физиологического раствора (см. 5.4) в 250 см^3 коническую колбу (6.6) или 250 см^3 стакан (см. 6.7),содержащий магнитную мешалку с перемешивающими элементами (см. 6.15).

8.3 Взвесьте в чаше для взвешивания 1 г анализируемой пробы испытуемого образца ПА суперабсорбирующего порошка, запишите массу и размешайте ее в солевом растворе. Убедитесь, что все образцы были переданы.

8.4 Закройте колбу или стакан с помощью парафинированной пленки (см. 6.8), и магнитной мешалкой (см. 6.14) перемешайте со скоростью (500 ± 50) об/мин в течение 16 ч.

8.5 Проведите предварительное титрирование при перемешивании 200 см^3 физиологического раствора с раствором образца.

8.6 После 16 ч остановите перемешивание растворов и дайте массе отстояться.

8.7 Отфильтруйте растворенную фракцию с помощью фильтро-насосной системы с воронкой Бюхнера (см. 6.10 и 6.12) и фильтровальной бумаги (см. 6.11) и соберите ее более чем 50 см^3.

8.8 Откалибруйте pH-электрод (6.2) с помощью стандартных буферных растворов (см. 5.5), имеющих pH 4,0, pH 7,0, pH 10,0.

8.9 С помощью бюретки (см. 6.16) проведите предварительное титрование 50 см^3 физиологического раствора до pH 10,0 по отношению к стандартному раствору гидроксида натрия (см. 5.2), а затем до pH 2,7 по отношению к стандартному раствору соляной кислоты (см. 5.3). Записывайте каждое значение объема титранта, так как оно используется для достижения конечной точки.

8.10 С помощью бюретки (см. 6.16) проведите титрование 50 мл отфильтрованного образца до pH 10,0 по отношению к стандартному раствору гидроксида натрия (см. 5.2), а затем до pH 2,7 по отношению к стандартному раствору соляной кислоты (см. 5.3). Записывайте каждое значение объема титранта, так как оно используется для достижения конечной точки.

8.11 Каждое титрование должно занять несколько минут.

9 Обработка результатов

Количество карбоновой кислоты (например, поликарбоновой кислоты), в порции растворимой фракции n_{COOH}, моль, вычисляют по формуле

$$n_{COOH} = (V_{NaOH,s} - V_{NaOH,b})c_{NaOH}, \quad (1)$$

где $V_{NaOH,s}$ — объем NaOH в качестве титранта, необходимого для титрования отфильтрованного образца до pH 10,0, см^3;

$V_{NaOH,b}$ — объем NaOH в качестве титранта, необходимого для предварительного титрования физиологического раствора до pH 10,0, см^3;

c_{NaOH} — концентрация NaOH в качестве титранта, использованного для титрования до pH 10,0, моль/л.

$$n_{tot} = (V_{HCl,s} - V_{HCl,b})c_{HCl}, \quad (2)$$

где $V_{HCl,s}$ — объем NaCl в качестве титранта, необходимого для титрования отфильтрованного образца от pH 10,0 до pH 2,7, см^3;

$V_{HCl,b}$ — объем NaCl в качестве титранта, необходимого для предварительного титрования физиологического раствора от pH 10,0 до pH 2,7, см^3;

c_{HCl} — концентрация NaCl в качестве титранта, использованного для титрования до pH 10,0, моль/л.

Объем нейтрализованного карбоксилата в порции растворимой фракции n_{COONa}, моль, вычисляют по формуле

$$n_{COONa} = n_{tot} - n_{COOH}. \quad (3)$$

Относительные массы карбоксильных кислотных групп, m_{COOH}, г, натриевые карбоксилатные группы m_{COONa} вычисляют по следующим формулам соответственно:

$$m_{COOH} = n_{COOH} \cdot M_{COOH} \cdot F_{dil}, \quad (4)$$

$$m_{COONa} = n_{COONa} \cdot M_{COONa} \cdot F_{dil}, \quad (5)$$

где M_{COOH} — молярная масса акриловой кислоты, 72 г/моль;

M_{COONa} — молярная масса акрилата натрия, 94 г/моль;

F_{dil} — коэффициент разбавления, 200/500 = 4.

$$w = \frac{m_{COOH} + m_{COONa}}{m_s}, \quad (6)$$

где m_s — масса анализируемого образца, г.

Если известна степень нейтрализации, формула (7) может быть использована для определения содержания экстрагируемого вещества w, выраженная как массовая доля в процентах из суперабсорбирующего полимера:

$$w = \frac{(V_{HCl,s} - V_{HCl,b})c_{HCl} \cdot M_{acr} \cdot F_{dil}}{m_s \cdot 1000} 100, \quad (7)$$

где $V_{HCl,s}$ — объем NaCl в качестве титранта, необходимого для титрования отфильтрованного образца от pH 10,0 до pH 2,7 см^3;

$V_{HCl,b}$ — объем NaCl в качестве титранта, необходимого для предварительного титрования физиологического раствора от pH 10,0 до pH 2,7 см^3;

c_{HCl} — концентрация NaCl в качестве титранта, использованного для титрования до pH 10,0, моль/л;

M_{acr} — молярная масса мономера акрилата, равная 87,46 г/моль для 70 % нейтрализованной соли;

m_s — масса анализируемого образца, г.

Рассчитывают среднее экстрагированное содержимое образца по результатам анализа, полученных из двух результатов испытаний.

10 Точность

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

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:

$$r = 1{,}94\ \%.$$

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:

$$R = 10{,}47\ \%.$$

Если не выполняются критерии повторяемости и воспроизводимости испытания, то испытание должно быть повторено дважды на удвоенном количестве образцов, убедившись, что исходный образец тщательно перемешан. Если эти критерии ранее не встречались, записать их результаты как недостоверные, и затем выявить источник ошибки, например, проверяя правильность работы контрольно-измерительных устройств, испытав образец с известным значением.

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) информацию о присутствии или отсутствии комочков в образце;

e) результаты расчета экстрагированного содержимого для каждого испытанного образца, выраженные как массовая доля в % с точностью до 0,1 %, и для повторяющихся испытаний среднее значение;

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

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

Приложение А
(справочное)

Статистические результаты межлабораторных испытаний

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)	10	10	10;
количество принятых к рассмотрению результатов испытаний	40	40	40;
среднее значение, %	5,29	9,00	8,67;
повторяемость стандартного отклонения s_r	0,41	0,57	0,69;
повторяемость коэффициента вариации	7,82 %	6,32 %	7,99 %;
предел повторяемости r (2,8 s_r)	1,16	1,59	1,94;
воспроизводимость стандартного отклонения s_R	1,29	3,74	1,28;
воспроизводимость коэффициента вариации	24,41 %	41,51 %	14,79 %;
предел воспроизводимости R (2,8 s_R)	3,62	10,47	3,59.

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.

УДК 676.252:006.354 ОКС 11.180.20 ОКП 93 9800

Ключевые слова: абсорбционный материал, воспроизводимость, испытания, повторяемость, полиакрилат, потенциометрическое титрирование, средства мочепоглощения, титрирование

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.11.2015. Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 29 экз. Зак. 4044.

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

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

gost.e-ecolog.ru