

ГОСТ Р 12.4.302-2018

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Система стандартов безопасности труда

СРЕДСТВА ИНДИВИДУАЛЬНОЙ ЗАЩИТЫ ДЕРМАТОЛОГИЧЕСКИЕ

Методы определения и оценки направленной эффективности дерматологических средств индивидуальной защиты защитного типа

Часть 1

Средства гидрофильного и гидрофобного действия

Occupational safety standards system. Dermatological personal protective products. Directed efficiency test methods of dermatological personal protective products of protective type. Part 1. Products with hydrophilic and hydrophobic action

ОКС 13.340.99

Дата введения 2019-07-01

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом "Скинкеа" (АО "Скинкеа"), Обществом с ограниченной ответственностью "Дэб-Штоко" (ООО "Дэб-Штоко"), Обществом с ограниченной ответственностью "Армакон" (ООО "Армакон"), Обществом с ограниченной ответственностью "Лаборатория безопасности" (ООО "Лаборатория безопасности")

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 320 "Средства индивидуальной защиты"

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 октября 2018 г. N 696-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. N 162-ФЗ "О стандартизации в Российской Федерации". 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 (www.gost.ru)

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на дерматологические средства индивидуальной защиты защитного типа (далее - ДСИЗ) гидрофобного и гидрофильного действия и устанавливает метод определения и оценки направленной эффективности с применением автоматического анализатора краевого угла смачивания.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 1129 Масло подсолнечное. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9805 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 21241 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29188.0-2014 Продукция парфюмерно-косметическая. Правила приемки, отбор проб, методы органолептических испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие

требования

ГОСТ 31378 Нефть. Общие технические условия

ГОСТ Р 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 12.4.301 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты дерматологические. Общие технические условия

ГОСТ Р ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р 51268 Ножницы. Общие технические условия

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю "Национальные стандарты", который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя "Национальные стандарты" за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 12.4.301, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 направленная эффективность ДСИЗ гидрофильного действия: Подтвержденная способность к полному отталкиванию или слабому взаимодействию ДСИЗ с водонерастворимыми тестовыми жидкостями, характеризующаяся изменением краевого угла смачивания во времени при непрерывном контакте с этими жидкостями.

3.2 направленная эффективность ДСИЗ гидрофобного действия: Подтвержденная способность к полному отталкиванию или слабому взаимодействию ДСИЗ с водой и водорастворимыми тестовыми жидкостями, характеризующаяся изменением краевого угла смачивания во времени при непрерывном контакте с этими жидкостями.

3.3 тестовые жидкости: Жидкости, используемые при определении направленной эффективности ДСИЗ, имитирующие водорастворимые и водонерастворимые производственные загрязнения.

3.4 водорастворимые загрязнения: Производственные загрязнения на водной основе или иной основе, растворимой в воде.

3.5 водонерастворимые загрязнения: Производственные загрязнения на масляной (жировой) или иной (не водной) основе.

3.6 краевой угол смачивания: Количественная мера способности подложки смачиваться водорастворимыми или водонерастворимыми загрязнениями, определяемая углом между мениском объемной жидкости и подложкой.

3.7 подложка: Материал, используемый при определении направленной эффективности ДСИЗ, имитирующий кожу человека.

4 Требования безопасности

4.1 При выполнении работ персонал должен знать и строго соблюдать на рабочем месте требования:

- электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019;
- пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004;
- техники безопасности при работе в химической лаборатории в соответствии с инструкциями, утвержденными в установленном порядке;
- техники безопасности, изложенные в инструкции по эксплуатации средств измерений и оборудования, применяемых при проведении измерений.

4.2 К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются сотрудники, занимающие должность инженера и/или лаборанта, имеющие образование не ниже среднего специального, опыт работы с используемыми средствами измерения и владеющие настоящим методом измерения.

Перед началом выполнения испытаний конкретных ДСИЗ необходимо провести пробные измерения с

целью обучения персонала.

5 Сущность метода

Метод основан на определении зависимости значения краевого угла смачивания от времени при непрерывном контакте подложки, покрытой пленкой ДСИЗ гидрофобного или гидрофильного действия, с тестовыми жидкостями, имитирующими производственные загрязнения.

Направленную эффективность определяют с помощью измерения значения угла смачивания соответствующими водорастворимыми и водонерастворимыми тестовыми жидкостями в первую минуту контакта (начальный момент времени) и через 60 мин (конечный момент времени).

До начала испытаний с водорастворимыми и водонерастворимыми тестовыми жидкостями проводят определения с дистиллированной водой в целях подтверждения гидрофильной/гидрофобной природы ДСИЗ.

Измерение краевого угла смачивания во времени выполняют графическим методом посредством фиксации изображения капли определенной тестовой жидкости в течение 1 ч в условиях высокой влажности. Фиксация изображения капли происходит в автоматическом режиме с определенным временным шагом. С помощью внешнего программного обеспечения автоматически выполняется обработка графического изображения капли тестовой жидкости и рассчитывается краевой угол смачивания по методу Юнга-Лапласа. Для 1-й и 60-й минут измерения рассчитывается среднее значение краевого угла смачивания.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

6.1 Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой погрешности однократного взвешивания $\pm 0,001$ г.

6.2 Автоматический оптический анализатор краевого угла смачивания, позволяющий проводить измерения в диапазоне от 0 до 180° с допускаемой абсолютной погрешностью не более $\pm 0,5^\circ$, включающий, в том числе:

- автоматическую систему прямого дозирования;
- электронный шприцевой блок;
- внешнее программное обеспечение (далее - ПО) для определения краевого угла смачивания.

Программное обеспечение средства измерения должно корректно рассчитывать низкие углы смачивания (меньше 30°).

6.3 Аппликатор проволочный (витой) для нанесения лакокрасочных покрытий толщиной мокрого слоя 15 мкм.

6.4 Подложка, представляющая собой трикотажную основу из полиэстера (17%) с пористо-монолитным поливинилхлоридным покрытием (83%), толщиной $0,83 \pm 0,05$ мм и со следующими физико-механическими характеристиками:

- разрывная нагрузка материала: не менее 50 Н (продольное направление), не менее 20 Н (поперечное направление);
- относительное удлинение при разрыве: не менее 35% (продольное направление), не менее 120% (поперечное направление);
- стойкость к истиранию по методу Мартиндейла не менее 30000 циклов;
- прочность связи пленочного покрытия с основой: не менее 0,5 Н/мм;
- краевой угол смачивания θ подложки тестовыми жидкостями:

а) водой дистиллированной, водными растворами массовой концентрацией 5%: соляной кислоты (х.ч., 36%), гидроксида натрия (х.ч.), хлористого натрия (х.ч.), - $0^\circ \leq \theta \leq 70^\circ$;

б) подсолнечным маслом, моторным маслом, сырой нефтью - $\theta \leq 55^\circ$.

6.5 Шприцы инертные однократного применения без силикона вместимостью 1 см³ или более, подходящие для дозирующей системы автоматического анализатора согласно технической документации фирмы-изготовителя.

6.6 Дозирующие насадки однократного применения со стальной иглой без скошенного края с внешним диаметром 0,51 мм, внутренним диаметром 0,25 мм, длиной 38,1 мм или иными геометрическими характеристиками, подходящие для шприцов и позволяющие дозировать жидкости различной вязкости.

6.7 Кювета стеклянная размерами в трех измерениях 34x24x37 мм (толщина стекла 3 мм) или иными геометрическими размерами, позволяющими использовать кювету как подставку для пробы.

6.8 Кювета стеклянная размерами в трех измерениях 70x70x70 мм (толщина стекла 4 мм) или иными геометрическими размерами, позволяющими поместить кювету в чашку Петри.

6.9 Пинцет металлический по ГОСТ 21241.

6.10 Чашки Петри типа ЧБН-1-100 или ЧБН-2 по ГОСТ 25336.

6.11 Стаканы стеклянные типа В и Н по ГОСТ 25336 с номинальной вместимостью не менее 10 см³.

6.12 Цилиндр мерный стеклянный вместимостью 10 см³ по ГОСТ 1770.

6.13 Пипетка стеклянная мерная по ГОСТ 29227 вместимостью 2 см³, класс точности 1.

6.14 Суховоздушный термостат с диапазоном термостатирования от температуры окружающего воздуха

до 50°С.

- 6.15 Ножницы хозяйственные по ГОСТ Р 51268.
- 6.16 Фильтровальная бумага по ГОСТ 12026.
- 6.17 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
- 6.18 Кислота соляная по ГОСТ 3118 концентрацией 36%, х.ч.
- 6.19 Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х.ч.
- 6.20 Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.
- 6.21 Спирт изопропиловый абсолютный по ГОСТ 9805 объемной концентрацией 60%.
- 6.22 Масло подсолнечное рафинированное дезодорированное первого сорта по ГОСТ 1129.
- 6.23 Моторное масло синтетическое с классом вязкости по SAE: 5W-50, классом по ACEA: A3/B3, A3/B4.
- 6.24 Сырая нефть особо легкая по ГОСТ 31378 с пониженной вязкостью.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб

Отбор проб - по ГОСТ 29188.0-2014 (раздел 4).

Для определения направленной эффективности ДСИЗ отбирают не менее пяти образцов. Содержимое отобранных образцов соединяют вместе, тщательно перемешивают и получают объединенную пробу массой не менее 500 г. От объединенной пробы отбирают 100 г и передают на испытания.

7.2 Подготовка проб

7.2.1 Подготовку проб необходимо выполнять в одноразовых перчатках.

7.2.2 Берут подложку размером 20x20 см, протирают изопропиловым спиртом и высушивают в термостате при температуре 40°С в течение 20 мин.

7.2.3 Отрезают образец подложки размером 1x5 см (далее - образец).

7.2.4 Взвешивают образец, затем наносят на него навеску испытуемого ДСИЗ массой (0,040±0,005) г.

7.2.5 Перемещают образец с навеской на чистый лист формата А4, размещенный на горизонтальной поверхности, и располагают его на листе короткой боковой гранью к оператору.

7.2.6 Равномерно распределяют навеску ДСИЗ с помощью аппликатора без нажима для формирования пленки по направлению к себе от одного конца образца к другому. При этом некоторая часть навески ДСИЗ остается на аппликаторе - ее убирать не нужно. Если полученная полоска навески ДСИЗ на аппликаторе шире подложки, то удаляют лишнюю часть салфеткой.

7.2.7 Переворачивают образец с пленкой ДСИЗ в горизонтальной плоскости на 180° и проводят еще раз аппликатором с остатком ДСИЗ по направлению к себе от одного конца образца к другому. Если на краях образца остались области без пленки ДСИЗ, то его переворачивают еще раз на 180° и повторно проводят аппликатором.

7.2.8 Удаляют излишки испытуемого ДСИЗ с боковых граней образца.

7.2.9 Взвешивают образец с пленкой ДСИЗ. Необходимо убедиться, что начальная масса пленки попадает в интервал от 0,0050 до 0,0085 г. При этом начальная масса пленки ДСИЗ представляет собой разницу между массой образца с пленкой ДСИЗ и массой образца по 7.2.4.

7.2.10 Сушат образец с пленкой ДСИЗ при температуре от 23°С до 26°С на воздухе в течение 12 мин. При этом необходимо проконтролировать, чтобы после сушки масса пленки ДСИЗ составляла от 40% до 55% от начальной. Если остаточная масса выходит за пределы в большую сторону, то необходимо увеличить время сушки на 2 мин. Однако стоит учитывать, что высокое значение остаточной массы пленки может быть связано с неудаляемыми остатками продукта на торцевых краях образца.

7.2.11 Подготовленный по 7.2.1-7.2.10 образец подложки с ДСИЗ является пробой для испытания.

7.2.12 Измерения необходимо проводить сразу после подготовки пробы, иначе пленка крема может пересушиться, что приведет к получению недостоверных результатов.

8 Подготовка к выполнению определения

8.1 Подготовка водорастворимых тестовых жидкостей

8.1.1 Растворы гидроксида натрия и хлористого натрия массовой концентрацией 5% готовят в мерном цилиндре следующим образом: взвешивают навеску вещества 0,500 г, затем добавляют 9,5 см³ дистиллированной воды, закрывают цилиндр пробкой и перемешивают.

8.1.2 Раствор соляной кислоты массовой концентрацией 5% готовят в мерном цилиндре путем разбавления 1,2 см³ концентрированной соляной кислоты (36%, плотность $\rho = 1,18$ г/см³), отобранной с помощью градуированной пипетки, дистиллированной водой до метки 10 см³.

8.2 Подготовка посуды и расходных материалов

8.2.1 Промывают чашку Петри, пинцет, аппликатор дистиллированной водой.

8.2.2 Сушат стеклянную посуду в суховоздушном термостате при температуре от 45°С до 50°С.

8.2.3 Кюветы стеклянные замачивают в растворе гидроксида натрия по 8.1.1 на 4 ч, промывают многократно дистиллированной водой и высушивают. Данную операцию выполняют только в начале

испытаний и при переходе от одной тестовой жидкости к другой.

8.3 Подготовка измерительного оборудования

8.3.1 Включают и калибруют весы.

8.3.2 Устанавливают и подключают автоматический оптический анализатор краевого угла смачивания согласно технической документации фирмы-изготовителя, в том числе настраивают подсветку (устанавливают положение светового пучка по центру поля зрения и достаточную яркость), настраивают систему распознавания изображений (параметры захвата кадра), регулируют масштабирование и внутреннюю фокусировку камеры в соответствии с увеличением и рабочим расстоянием.

8.3.3 Промывают шприц соответствующей тестовой жидкостью, затем заполняют его этой жидкостью и устанавливают в систему дозирования.

8.3.4 Устанавливают соответствующие настройки в программном обеспечении согласно технической документации фирмы-изготовителя для автоматической подачи тестовой жидкости из шприца и задают объем капли жидкости в соответствии с 9.3.8.

8.4 Подготовка к измерению краевого угла смачивания водой и водорастворимыми жидкостями

8.4.1 Фильтровальную бумагу нарезают по размерам боковых стенок большой стеклянной кюветы.

8.4.2 Размещают на боковых стенках кюветы фильтровальную бумагу, и смачивают ее дистиллированной водой.

8.4.3 Заполняют чашку Петри свежей дистиллированной водой, размещают ее на предметном столике автоматического оптического анализатора по 6.2, после чего помещают в нее подставку для пробы по 6.8.

8.4.4 Затем помещают подготовленную ранее кювету на чашку Петри открытой стороной вниз так, чтобы фильтровальная бумага касалась воды. В таком положении оставляют кювету на 30 мин.

Если конфигурация автоматического оптического анализатора не позволяет накрывать пробу кюветой при проведении измерений ввиду фиксированного положения дозирующего блока, то вместо операций по 8.4.3 и 8.4.4 выполняют следующие операции:

- на дно кюветы наливают дистиллированную воду высотой от 1,0 до 1,5 см так, чтобы фильтровальная бумага касалась воды;

- помещают в кювету подставку для пробы;

- накрывают кювету крышкой из эластичного герметичного материала (силикон).

Подготовленная кювета может использоваться в течение одного рабочего дня без повторной подготовки. В конце каждого рабочего дня кювету необходимо опустошить, промыть дистиллированной водой, протереть спиртом, высушить и накрыть фильтровальной бумагой.

8.5 Подготовка к измерению краевого угла смачивания водонерастворимыми жидкостями

8.5.1 Чашку Петри размещают на предметном столике автоматического оптического анализатора по 6.2.

8.5.2 Помещают в чашку Петри подставку для пробы по 6.8.

8.5.3 Помещают в чашку Петри большую стеклянную кювету открытой стороной вниз.

Если конфигурация средства измерений не позволяет накрывать пробу кюветой при проведении измерений ввиду фиксированного положения дозирующего блока, то вместо операций по 8.5.1-8.5.3 выполняют следующие операции:

- размещают большую стеклянную кювету на предметном столике автоматического оптического анализатора;

- помещают в кювету подставку для пробы;

- накрывают кювету крышкой из эластичного герметичного материала (силикон).

9 Проведение определения

9.1 Условия определения

9.1.1 Температура окружающей среды от 23°C до 26°C.

9.1.2 Влажность окружающей среды от 25% до 40%.

9.1.3 Освещение необходимо настроить таким образом, чтобы поле зрения не было засвечено, и линия контакта была хорошо видна.

9.1.4 Частота фиксации графического изображения капли при измерении динамического краевого угла смачивания 10 раз в 1 мин (каждые 6 с).

9.1.5 Необходимо исключить любые вибрации (закрытие дверей, шаги и т.п.).

9.1.6 При измерениях пробу необходимо поместить в условия высокой влажности и отсутствия контакта с внешней средой. Это достигается посредством помещения пробы в стеклянную кювету, насыщенную водяными парами.

При размещении пробы для сохранения высокой влажности стеклянную кювету необходимо класть открытой стороной вниз.

Стеклянная кювета для создания высокой влажности должна быть химически чистая, иначе на стенках кювет образуется конденсат и будет невозможно фиксировать графическое изображение капли.

9.1.7 Все водорастворимые жидкости должны быть свежими: растворы свежеприготовленные, вода -

свежий дистиллят. Использование водонерастворимых жидкостей должно осуществляться в рамках срока годности при условии хранения в затемненных емкостях (для сырой нефти, моторного масла).

9.2 Подтверждение гидрофобной/гидрофильной природы ДСИЗ

Для подтверждения гидрофобной/гидрофильной природы ДСИЗ сначала проводят определение с дистиллированной водой.

Если после проведения операций по 9.3.2-9.3.8 на пленке ДСИЗ гидрофобного действия вода мгновенно растекается, то испытуемое средство не имеет гидрофобную природу и не может быть отнесено к категории средств гидрофобного действия. В этом случае испытуемое ДСИЗ дальнейшие испытания не проходит.

Если после проведения операций по 9.3.2-9.3.16 для ДСИЗ гидрофильного действия значение краевого угла смачивания отлично от нуля (нет полного растекания) и больше 30° , то испытуемое средство не имеет гидрофильную природу и не может быть отнесено к категории средств гидрофильного действия. В этом случае испытуемое ДСИЗ дальнейшие испытания не проходит.

9.3 Порядок выполнения определения

9.3.1 При измерении краевого угла смачивания выполняют следующие операции в соответствии с приведенной ниже хронологией.

9.3.2 От пробы, подготовленной в соответствии с 7.2, отрезают центральную часть размером 1x1 см и помещают ее на подставку в чашке Петри, которая подготовлена в соответствии с 8.2. Выполнить эту операцию необходимо так, чтобы края отрезанной пробы минимально загибались.

9.3.3 Располагают пробу на подставке строго горизонтально. Если образец неровный или края сильно загибаются, нужно отрезать другую часть от пробы.

9.3.4 Выравнивают положение пробы в поле зрения.

9.3.5 Выставляют "предварительную" базовую линию (линия контакта пробы и капли жидкости).

9.3.6 Устанавливают позицию дозирующей насадки по центру поля зрения.

9.3.7 Опускают дозирующую насадку к пробе.

9.3.8 Выдавливают каплю тестовой жидкости из шприца нажатием специальной кнопки в программном обеспечении и, не раскачивая, ставят ее на поверхность пробы при соблюдении условий, указанных в приложении А.

Объем капли тестовых жидкостей:

- дистиллированная вода, растворы гидроксида натрия, соляной кислоты, хлористого натрия - от 0,005 до 0,008 см³;

- моторное и растительное масло, сырая нефть - от 0,005 до 0,006 см³.

9.3.9 Включают автоматическую съемку графического изображения капли с требуемой частотой сразу после выхода дозирующей насадки из капли.

9.3.10 Корректируют фокусировку камеры и контрастность изображения, если контур капли жидкости нечеткий и линия контакта с пробой плохо видна.

9.3.11 Корректируют местоположение базовой линии (если необходимо).

9.3.12 Убирают дозирующий блок из вертикального в горизонтальное положение. Если конфигурация автоматического оптического анализатора не позволяет изменить положение дозирующего блока, то поднимают дозирующую насадку в самое верхнее положение.

9.3.13 Пробу, расположенную на подставке, накрывают стеклянной кюветой. Эту операцию необходимо сделать как можно аккуратнее, чтобы капля жидкости сохранила свое первоначальное состояние. Если капля изменила свое положение или резко растеклась, то необходимо повторить операции по 9.3.2-9.3.12. Если все действия заняли больше двух минут, то повторяют операции по 7.2. Если проба уже размещена в кювете, то ее необходимо накрыть крышкой из эластичного герметичного материала.

9.3.14 Проверяют фокусировку камеры и контрастность изображения.

9.3.15 Проводят измерения в течение 1 ч, наблюдая за положением базовой линии и контрастностью изображения.

9.3.16 Получают значение угла смачивания в каждый момент времени с заданной частотой по 9.1.4.

9.3.17 Повторяют измерение пять раз в условиях повторяемости.

9.3.18 Выполняют измерения согласно приведенной хронологии с остальными водорастворимыми и водонерастворимыми жидкостями.

10 Обработка и оформление результатов определения

10.1 Обработку результатов измерений краевого угла смачивания проводят способом усреднения всех значений, рассчитанных автоматически с помощью программного обеспечения, для 1-й и 60-й минут измерения. В случае измерений с дистиллированной водой и водорастворимыми загрязнениями, первое значение за первую минуту не учитывается, поскольку ввиду неравновесного состояния капли жидкости в этот момент значение краевого угла смачивания невоспроизводимо. Также в любом определении могут быть моменты времени, в которых краевой угол смачивания рассчитывается некорректно ввиду большой ошибки измерения. Это может быть вызвано неравновесным состоянием капли жидкости, несимметричным профилем

капли, изменением положения базовой линии, ухудшением освещения.

10.2 Рассчитывают среднее арифметическое значение краевого угла смачивания для каждой тестовой жидкости за 1-ю и 60-ю минуты измерений $\bar{\theta}_j^m$, °, по формуле

$$\bar{\theta}_j^m = \frac{\sum_{i=1}^n \theta_{ji}}{n}, \quad (1)$$

где m - наименование тестовой жидкости;

j - минута, за которую рассчитывается среднее арифметическое значение (1-я или 60-я);

i - номер измеренного значения (от 1 до 10);

n - количество измеренных значений ($n = 10$);

θ_{ji} - i -е значение краевого угла смачивания за j -минуту.

10.3 Рассчитывают среднее арифметическое значение краевого угла смачивания для каждой тестовой жидкости за 1-ю и 60-ю минуты измерений по результатам пяти определений $\bar{\bar{\theta}}_j^m$, °, по формуле

$$\bar{\bar{\theta}}_j^m = \frac{\sum_{i=1}^5 \bar{\theta}_{ji}^m}{5}, \quad (2)$$

где m - наименование тестовой жидкости;

j - минута, за которую рассчитывается среднее арифметическое значение (1-я или 60-я);

i - номер определения (от 1 до 5);

$\bar{\theta}_{ji}^m$ - среднее арифметическое значение краевого угла смачивания за j -минуту для i -определения.

Результаты определения представляют в виде таблицы 1.

Таблица 1 - Пример оформления результатов измерений краевого угла смачивания на пленке ДСИЗ гидрофобного действия

Значение времени, мин	Среднее арифметическое значение краевого угла смачивания для каждой тестовой жидкости по результатам пяти определений, °			
	Дистиллированная вода	Водный раствор HCl (5%)	Водный раствор NaCl (5%)	Водный раствор NaOH (5%)
$j = 1$	81,9	70,0	72,5	40,8
$j = 60$	68,9	35,0	29,2	23,0

10.4 Результаты пяти определений, выполненных в условиях повторяемости для 1-й минуты, при правильном выполнении определения признаются достоверными (с доверительной вероятностью, равной 0,95), если расхождение между ними не превышает:

- для дистиллированной воды $\pm 5^\circ$;
- кислоты соляной $\pm 6^\circ$;
- натрия гидроксида $\pm 8^\circ$;
- натрия хлористого $\pm 7^\circ$;
- масла подсолнечного рафинированного дезодорированного $\pm 6^\circ$;
- моторного масла $\pm 6^\circ$;
- нефти сырой $\pm 8^\circ$.

10.5 Результаты пяти определений, выполненных в условиях повторяемости для 60-й минуты, при правильном выполнении определения признаются достоверными (с доверительной вероятностью, равной 0,95), если расхождение между ними не превышает:

- для дистиллированной воды $\pm 7^\circ$;
- кислоты соляной $\pm 7^\circ$;
- натрия гидроксида $\pm 8^\circ$;
- натрия хлористого $\pm 8^\circ$;
- масла подсолнечного рафинированного дезодорированного $\pm 8^\circ$;
- моторного масла $\pm 8^\circ$;
- нефти сырой $\pm 7^\circ$.

Результаты межлабораторных испытаний приведены в приложении Б.

10.6 Направленная эффективность ДСИЗ гидрофильного и гидрофобного действия по отношению к каждой тестовой жидкости определяется за 1-ю минуту (X_1) и 60-ю минуту (X_{60}) по формуле 3

$$X = \frac{\bar{\bar{\theta}}_j^m}{\theta_n} 100, \quad (3)$$

где $\bar{\bar{\theta}}_j^m$ - значение, определенное по формуле 2;

θ_n - максимально достижимое значение угла смачивания на пленке ДСИЗ, характеризующее отталкивание

тестовой жидкости, равное 90°.

10.7 Значения направленной эффективности ДСИЗ гидрофильного и гидрофобного действия по каждой тестовой жидкости рассчитываются и заносятся в протокол.

По результатам определения направленной эффективности ДСИЗ гидрофильного и гидрофобного действия для каждой тестовой жидкости испытуемому средству присваивается степень защиты в соответствии с таблицами 2 и 3.

Таблица 2 - Степень защиты ДСИЗ гидрофобного действия для каждой тестовой жидкости

Водорастворимые загрязнения	Направленная эффективность для момента времени $j = 1$ $X_1, \%$	Степень защиты	Направленная эффективность для момента времени $j = 60$ $X_{60}, \%$	Степень защиты
Дистиллированная вода	≥ 75	2	≥ 65	2
	60-75	1	50-65	1
	≤ 60	0	≤ 50	0
Водный раствор HCl (5%)	≥ 60	2	≥ 35	2
	45-60	1	20-35	1
	≤ 45	0	≤ 20	0
Водный раствор NaCl (5%)	≥ 60	2	≥ 25	2
	45-60	1	15-25	1
	≤ 45	0	≤ 15	0
Водный раствор NaOH (5%)	≥ 30	2	≥ 25	2
	20-30	1	15-25	1
	≤ 20	0	≤ 15	0

Таблица 3 - Степень защиты ДСИЗ гидрофильного действия

Водонерастворимые загрязнения	Направленная эффективность для момента времени $j = 1$ $X_1, \%$	Степень защиты	Направленная эффективность для момента времени $j = 60$ $X_{60}, \%$	Степень защиты
Моторное масло синтетическое	≥ 50	2	≥ 25	2
	40-50	1	15-25	1
	≤ 40	0	≤ 15	0
Масло подсолнечное рафинированное дезодорированное	≥ 65	2	≥ 30	2
	55-65	1	20-30	1
	≥ 55	0	≤ 20	0
Сырая нефть	≥ 35	2	≥ 15	2
	25-35	1	10-15	1
	≤ 25	0	≤ 10	0

Все полученные значения степеней защиты суммируются, после чего присваивается категория направленной эффективности ДСИЗ гидрофобного и гидрофильного действия в соответствии с таблицами 4 и 5.

Таблица 4 - Определение категории направленной эффективности ДСИЗ гидрофобного действия

Степень защиты суммарная	Категория направленной эффективности
От 14 до 16	Высшая (полная направленная эффективность защитного действия от водорастворимых загрязнений)
От 8 до 13	Первая (средняя направленная эффективность защитного действия от водорастворимых загрязнений)
От 4 до 7	Вторая (минимальная направленная эффективность защитного действия от водорастворимых загрязнений)
Менее 4	Средство не обладает направленной эффективностью

Таблица 5 - Определение категории направленной эффективности ДСИЗ гидрофильного действия

Степень защиты суммарная	Категория направленной эффективности
От 10 до 12	Высшая (полная направленная эффективность защитного действия от водонерастворимых загрязнений)
От 6 до 9	Первая (средняя направленная эффективность защитного действия от водонерастворимых загрязнений)
От 3 до 5	Вторая (минимальная направленная эффективность защитного действия от водонерастворимых загрязнений)
Менее 3	Средство не обладает направленной эффективностью

11 Контроль качества результатов измерений при реализации метода в лаборатории

11.1 При проведении измерения краевого угла смачивания осуществляют контроль следующих параметров:

- все водорастворимые тестовые жидкости должны быть свежеприготовленными;
- перед проведением измерений дозирующие шприцы должны быть промыты соответствующей тестовой жидкостью;
- для каждого шприца должна быть использована отдельная дозирующая насадка;
- для каждого измерения должна быть приготовлена свежая проба в соответствии с 7.2.

11.2 При неудовлетворительных результатах измерений, например увеличении разброса для одной пробы или расхождении между результатами пяти параллельных определений, выясняют причины этих отклонений, в том числе проверяют соблюдение всех условий определения, проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

11.3 Повторяемость (сходимость)

Результаты двух измерений, полученных на идентичном испытуемом материале одним исполнителем с использованием одного и того же измерительного оборудования, при правильном выполнении измерений признаются достоверными (с доверительной вероятностью, равной 0,95), если разница между измеренными значениями не превышает предел повторяемости, приведенный в таблице 6.

11.4 Воспроизводимость

Результаты двух измерений, полученных разными исполнителями, работающими в разных лабораториях на идентичном исследуемом материале, при правильном выполнении измерения признаются достоверными (с доверительной вероятностью, равной 0,95), если разница между измеренными значениями не превышает предел воспроизводимости, приведенный в таблице 6.

Контроль результатов повторяемости и воспроизводимости настоящей методики измерений осуществляется по ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Таблица 6 - Показатели качества результатов измерений

Тестовая жидкость	Диапазон измерений направленной эффективности ДСИЗ гидрофильного и гидрофобного действия, %	Предел повторяемости (сходимости) σ_r , %	Предел воспроизводимости σ_R , %
Дистиллированная вода	от 0 до 100	10	15
Водный раствор HCl (5%)	от 0 до 100	10	15
Водный раствор NaCl (5%)	от 0 до 100	10	15
Водный раствор NaOH (5%)	от 0 до 100	10	15
Масло подсолнечное рафинированное дезодорированное	от 0 до 100	10	20
Моторное масло синтетическое	от 0 до 100	10	20
Нефть сырая	от 0 до 100	10	20

Приложение А
(обязательное)

Условия постановки капли тестовой жидкости

А.1 Постановка капли жидкости на одной пробе не должна занимать больше 1-2 мин.

- А.2 При постановке капли жидкости на подложку необходимо руководствоваться следующими условиями:
- капля жидкости должна слегка коснуться поверхности и плавно переместиться с иглы на подложку (нельзя касаться концом иглы шприца испытуемой пробы);
 - капля жидкости не должна падать на поверхность пробы с какой-либо высоты, поскольку это приведет к уменьшению начального значения краевого угла смачивания;
 - нельзя "накачивать" каплю жидкости иглой (поставить маленькую каплю и, оставив внутри иглу, выдавить еще какой-то объем жидкости). Это приведет к увеличению начального значения угла смачивания.

А.3 Если эти условия нарушены, то операция по постановке капли считается невыполненной. В этом случае необходимо убрать каплю и повторить операцию на другом участке поверхности пробы или подготовить новую пробу.

А.4 Установка линии контакта (базовая линия) капли тестовой жидкости с пробой должна выполняться быстро, поскольку капля тестовой жидкости может испаряться в открытом пространстве либо растекаться и искажаться.

А.5 В течение всего измерения необходимо следить за поведением капли жидкости, и, в случае необходимости, корректировать положение базовой линии.

Приложение Б
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания, результаты которых представлены в таблице Б.1, проведены в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-2.

Таблица Б.1

Наименование показателя	Дистиллированная вода		Водный раствор HCl (5%)		Водный раствор NaCl (5%)		Водный раствор NaOH (5%)		Масло подсолнечное рафинированное дезодорированное		Моторное масло синтетическое		Нефть сырая	
	1 мин	60 мин	1 мин	60 мин	1 мин	60 мин	1 мин	60 мин	1 мин	60 мин	1 мин	60 мин	1 мин	60 мин
Количество лабораторий, оставшихся после исключения лабораторий, выбывших из испытаний	3	3	3	3	2	3	2	2	3	3	3	2	3	2
Количество выбывших лабораторий	-	-	-	-	1	-	1	1	-	-	-	1	-	1
Количество признанных результатов	52	54	54	53	36	50	36	35	54	54	53	36	54	36
Среднее значение \bar{X} , град	70,17	66,19	56,15	35,44	57,84	24,93	32,01	25,59	62,34	28,90	52,18	35,43	35,60	13,76
Стандартное отклонение повторяемости S_p , град	2,02	2,73	2,69	2,53	2,16	2,26	1,94	1,38	2,21	2,59	1,67	2,49	1,90	2,42
Стандартное отклонение повторяемости RSD_p , %	2,87	4,13	4,80	7,15	3,73	9,06	6,06	5,39	3,54	8,96	3,20	7,03	5,35	17,56
Показатель повторяемости r , град	5,64	7,65	7,54	7,09	6,05	6,33	5,43	3,86	6,18	7,25	4,68	6,97	5,33	6,77
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	3,59	3,44	2,69	2,74	4,83	2,67	3,22	3,80	3,19	5,93	1,83	3,49	6,06	6,30

Относительное стандартное отклонение воспроизводимости $RSD_R, \%$	5,12	5,20	4,80	7,72	8,35	10,71	10,06	14,87	5,12	20,50	3,51	9,85	17,02	45,76
Показатель воспроизводимости $R, \text{град}$	10,06	9,64	7,50	7,66	13,52	7,48	9,02	10,65	8,94	16,59	5,13	9,77	16,96	17,63

УДК 614.89:006.354

ОКС 13.340.99

Ключевые слова: средства индивидуальной защиты дерматологические, направленная эффективность, гидрофильное действие ДСИЗ, гидрофобное действие ДСИЗ, тестовые жидкости, водорастворимые загрязнения, водонерастворимые загрязнения, краевой угол смачивания

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: Стандартинформ, 2018